



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

## ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

## REAKTIVNÍ NAPRAŠOVÁNÍ VRSTEV AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

REACTIVE SPUTTERING AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Jan Dušek

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Tomáš Fořt, Ph.D.

BRNO 2016



# Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Mikroelektronika**  
Ústav mikroelektroniky

**Student:** Bc. Jan Dušek

**ID:** 146814

**Ročník:** 2

**Akademický rok:** 2015/16

**NÁZEV TÉMATU:**

## Reaktivní naprašování vrstev Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

**POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:**

Provedte depozice vrstev Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reaktivním magnetronovým naprašováním pomocí pulzního zdroje ve vhodně vymezeném rozmezí depozičních parametrů. U deponovaných vrstev zjistěte jejich mechanické vlastnosti, adhezi, a propustnost ve viditelném a IČ spektru. Výsledky vyhodnotte s ohledem na potenciální aplikace.

**DOPORUČENÁ LITERATURA:**

Podle pokynů vedoucího práce

**Termín zadání:** 8.2.2016

**Termín odevzdání:** 26.5.2016

**Vedoucí práce:** Ing. Tomáš Fořt, Ph.D.

**Konzultant diplomové práce:**

**doc. Ing. Lukáš Fucík, Ph.D., předseda oborové rady**

**UPOZORNĚNÍ:**

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

## **Abstrakt**

Diplomová práce popisuje technologii pulzního magnetronového naprašování vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Dále se tato práce zabývá návrhem depozičního procesu a jeho testováním pro nový hliníkový terč. Testováním bylo určeno technologické okno nového terče. Díky tomu bylo možné vytvořit vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  v nejširším možném pracovním rozmezí. Vrstvy vytvořené pomocí aparatury PLS 160 byly podrobeny testování optických vlastností pro získání propustnosti vrstvy. Kromě optických testů bylo provedeno vyhodnocení mechanických vlastností a adheze. Získané výsledky z jednotlivých měření byly vyhodnoceny. Podle získaných výsledků vlastností vrstev byl proveden návrh potenciálních aplikací, pro které by bylo možné vrstvu použít.

## **Klíčová slova**

Reaktivní naprašování, vlastnosti vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , pulzní naprašování, nadeponované vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , optické vlastnosti, mechanické vlastnosti, adheze

## **Abstract**

Diploma thesis describes technology of pulse reactive magnetron sputtering of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  coating. Furthermore it deals with design of deposition process and testing new aluminium target. The technological window was determined by tests. As a result, it was possible to create  $\text{Al}_2\text{O}_3$  coatings in the widest possible working range. The coatings created by apparatus PLS 160 were tested for optical properties in order to obtain transmittance. Besides the optical tests, the evaluation of mechanical properties and adhesion were performed. The obtained results from measurement were evaluated. Based on the results, some possible applications of the coating were suggested.

## **Keywords**

Reactive sputtering, properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  films, pulse sputtering, deposited films of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , optical properties, mechanical properties, adhesion

### **Bibliografická citace díla**

DUŠEK, J. *Reaktivní naprašování vrstev  $Al_2O_3$* . Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. 83 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Tomáš Fořt, Ph.D..

# Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma „Reaktivní naprašování vrstev Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujícího zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne .....

.....  
podpis autora

# Poděkování

Děkuji vedoucímu semestrálního projektu Ing. Tomáši Fořtovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc, vstřícný přístup a další cenné rady při zpracování diplomové práce. Dále bych chtěl poděkovat RNDr. Pavlu Pokornému a Mgr. Jindřichu Oulehlovi za pomoc a konzultace v průběhu vyhodnocování optických vlastností, doc. RNDr. Vilmě Buršíkové, Ph.D. za konzultace v oblasti mechanických vlastností a adheze.

Na závěr bych chtěl poděkovat především mým rodičům, sourozencům a přátelům za podporu ve studiu a především v průběhu vypracovávání diplomové práce.

Experimentální část této diplomové práce byla realizována na výzkumné infrastruktuře  
vybudované v rámci projektu CZ.1.05/2.1.00/03.0072

**Centrum senzorických, informačních a komunikačních systémů (SIX)**  
operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace.

# Obsah

<b>Úvod</b> .....	<b>12</b>
<b>2. Teoretický úvod</b> .....	<b>13</b>
2.1. Metody pro vytváření tenkých vrstev .....	13
2.1.1. Chemické depozice.....	14
2.1.2. Fyzikální depozice.....	15
2.2. Technologie magnetronového naprašování .....	16
2.3. Pulzní reaktivní magnetronové naprašování.....	17
2.4. Hystereze pulzního reaktivního naprašování $\text{Al}_2\text{O}_3$ vrstev.....	18
2.5. Vlastnosti naprašovaných vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	19
2.6. Vlastnosti fází tenkých vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	21
2.7. Aparatura PLS160.....	23
2.8. Měřicí metody.....	26
2.8.1. Spektrofotometrie .....	26
2.8.2. Vtisková zkouška.....	27
2.8.3. Vrypová zkouška .....	28
<b>3. Praktická část</b> .....	<b>29</b>
3.1. Návrh realizace vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	29
3.2. Testování aparatury a hystereze pro naprašování vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	32
3.3. Příprava vzorků.....	34
3.4. Technologické okno starého terče .....	35
3.5. Technologické okno nového terče .....	39
3.6. Depoziční rychlosti .....	42
3.7. Depozice testovacích vzorků .....	44
<b>4. Výsledky testování vrstev <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></b> .....	<b>50</b>
4.1. Optické vlastnosti .....	50
4.2. Mechanické vlastnosti – tvrdost .....	55
4.3. Mechanické vlastnosti – modul pružnosti .....	63
4.4. Adheze vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	66
4.5. Aplikace vrstvy .....	69
<b>5. Parametry použitých přístrojů</b> .....	<b>70</b>
5.1. Aparatura PLS 160.....	70

5.1.1.	Napájení.....	70
5.1.2.	Turbomolekulární vývěva.....	70
5.1.3.	Orientační měrka tlaku v komoře .....	70
5.2.	Regulátory průtoků Alicat .....	71
5.3.	MKS Baratron Typ 627D .....	71
5.4.	Převodník PR4000B-F .....	71
5.5.	Generátor Cesar 136 .....	72
5.6.	Generátor Pinnacle Plus.....	72
5.7.	Mikroskop Olympus Lext.....	72
5.8.	Profilometr Taylor-Hobson (Talystep) .....	73
5.9.	Spektrofotometr Varian Cary 5E .....	73
5.10.	Triboindentor Hysitron TI 950 .....	74
<b>Závěr</b>	.....	<b>75</b>
<b>Literatura</b>	.....	<b>77</b>
<b>Seznam zkratk</b>	.....	<b>83</b>



## Seznam obrázků

Obr. 2.1. Rozdělení metod CVD a PVD .....	13
Obr. 2.2. Aparatura pro procesy chemické depozice [3] .....	14
Obr. 2.3. Napařování s elektronovým svazkem[1].....	15
Obr. 2.4. Magnetronové napařování [1].....	16
Obr. 2.5. Pulz vysokofrekvenčního pulzního generátoru[10] .....	17
Obr. 2.6. Povrch vrstvy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> pro dobu vybíjení terče 0,4μs a dobu 5μs [10].....	17
Obr. 2.7. Závislost napětí na průtoku reaktivního plynu[12] .....	18
Obr. 2.8. Difraktogram vrstvy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [13] .....	19
Obr. 2.9. C-V charakteristiky přechodu Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> a P-Si substrátu [13] .....	20
Obr. 2.10. Trigonální, klencový model krystalografické struktury[28] .....	21
Obr. 2.11. Jednoklonná krystalická mřížka[28] .....	22
Obr. 2.12. MKS Baratron typ 627D .....	23
Obr. 2.13. Vysokofrekvenční generátor Cesar 136 a pulzní generátor Pinnacle plus .....	24
Obr. 2.14. Převodník měrky Baratronu PR4000B-F .....	24
Obr. 2.15. Zapálený doutnavý výboj uvnitř komory aparatury PLS160 .....	25
Obr. 2.16. Ovládací program aparatury PLS160 .....	25
Obr. 2.17. Ilustrační schéma spektrofotometru [30].....	26
Obr. 2.18. Indentační křivka vtiskového testu [35].....	27
Obr. 2.19. Ilustrační schéma vrypového testu s deformací vrstvy [33].....	28
Obr. 3.1. Starý poškozený hliníkový terč .....	29
Obr. 3.2. Nový hliníkový terč nainstalovaný k magnetronu .....	31
Obr. 3.3. Závislosti absolutní hodnoty napětí na magnetronu na průtoku kyslíku.....	32
Obr. 3.4. Naprášená vrstva Al <sub>x</sub> O <sub>y</sub> na skleněném substrátu .....	33
Obr. 3.5. Vzorok, substráty umístěné na hliníkové podložce.....	34
Obr. 3.6. Vrstva Al <sub>x</sub> O <sub>y</sub> na skle a vrstva nestechiometrického Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> na skle.....	35
Obr. 3.7. Vrstva stechiometrického Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – depozice Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151007.....	36
Obr. 3.8. Detail stechiometrické vrstvy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151007 s kapkou na křemíku.....	36
Obr. 3.9. Detail stechiometrické vrstvy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151007 po čištění ultrazvukem.....	37
Obr. 3.10. Detail vrstvy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151005 s bublinkami.....	37
Obr. 3.11. Profil povrchu vrstvy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151007 na křemíku při zesílení 200 000 .....	38
Obr. 3.12. Vrstva Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151112 vytvořená pomocí nového hliníkového terče .....	39
Obr. 3.13. Stechiometrická vrstva Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151112 na křemíku .....	40
Obr. 3.14. Stechiometrická vrstva Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151112 na křemíku po čištění ultrazvukem .....	40
Obr. 3.15. Vrstva Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _151125 s bublinkami.....	41
Obr. 3.16. Závislost depoziční rychlosti na průtoku kyslíku.....	42
Obr. 3.17. Časová závislost průtoku kyslíku v průběhu depozice pro U <sub>MAG</sub> = -294 V.....	45
Obr. 3.18. Defekty pozorované na vrstvě Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _160203 .....	46
Obr. 3.19. Substráty s vytvořenou vrstvou Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _160208.....	47
Obr. 3.20. Časová závislost průtoku kyslíku v průběhu depozice pro U <sub>MAG</sub> = -285 V.....	48
Obr. 3.21. Časová závislost průtoku kyslíku v průběhu depozice pro U <sub>MAG</sub> = -275 V.....	49
Obr. 4.1. Závislost propustnosti vrstvy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _160127 na vlnové délce.....	50

Obr. 4.2. Závislost propustnosti vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ na vlnové délce.....	51
Obr. 4.3. Závislost propustnosti vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$ na vlnové délce.....	52
Obr. 4.4. Porovnání naměřených dat propustnosti s teoretickou křivkou .....	53
Obr. 4.5. Závislost indexu lomu vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3$ na vlnové délce.....	54
Obr. 4.6. Hloubkový profil tvrdosti systému $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$ – křemíkový substrát .....	55
Obr. 4.7. Hloubkový profil tvrdosti systému $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$ – podložní sklo .....	56
Obr. 4.8. Hloubkový profil tvrdosti systému $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ – křemíkový substrát .....	57
Obr. 4.9. Hloubkový profil tvrdosti systému $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ – podložní sklo .....	58
Obr. 4.10. Hloubkový profil tvrdosti systému $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$ – křemíkový substrát .....	59
Obr. 4.11. Hloubkový profil tvrdosti systému $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$ – podložní sklo .....	60
Obr. 4.12. Naskenovaný profil vtisku ve vrstvě $\text{Al}_2\text{O}_3$ na křemíkovém substrátu .....	61
Obr. 4.13. Morfologie povrchu vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3$ na podložním skle v okolí vtisku.....	62
Obr. 4.14. Naměřená závislost efektivního modulu pružnosti vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$ .....	63
Obr. 4.15. Naměřená závislost efektivního modulu pružnosti vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ .....	64
Obr. 4.16. Naměřená závislost efektivního modulu pružnosti vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$ .....	65
Obr. 4.17. Závislost normálové síly na normálovém posuvu vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	66
Obr. 4.18. Závislost koeficientu tření na normálové síle.....	67
Obr. 4.19. Morfologie povrchu v okolí vrypu s rostoucím zatížením.....	67
Obr. 4.20. Morfologie povrchu vrypových testů s konstantním zatížením .....	68

## Seznam tabulek

Tabulka 1: Depoziční parametry pro starý terč .....	42
Tabulka 2: Depoziční parametry pro nový terč .....	42
Tabulka 3: Depoziční časy vrstvy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> pro křemíkový a skleněný substrát.....	43
Tabulka 4: Naměřené průměrné hodnoty pro vrypový test s konstantním zatížením .....	68

# Úvod

Pro nanášení velmi tenkých vrstev různých materiálů se používají dvě základní technologie. První základní technologií je chemická depozice, kde je možné nanášet tenké vrstvy pomocí chemických reakcí plynů při vysokých teplotách. Druhou základní skupinou je fyzikální depozice, která je založena na fyzikálních principech, jako je například odprašení nebo odpaření. Pro vytváření vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tyto metody lze také použít. Vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  je možné vytvořit například technologií katodového oblouku ve vakuu, pulzní laserovou depozicí nebo reaktivním naprašováním až po technologie, jako jsou sol-gel proces nebo sprejová pyrolýza.

Reaktivní magnetronové naprašování je fyzikální a chemický proces, při kterém se z povrchu terče odprašují atomy požadovaného materiálu a reagují s reaktivním plynem. Tyto odprašované atomy dopadají na stolek, kde jsou schopny vytvořit vrstvy od řádu nanometrů až po jednotky mikrometrů. Na tomto stolku jsou umístěny předměty, které mají být pokryty požadovanou tenkou vrstvou. Jako reaktivní plyn se používá například kyslík nebo dusík. Díky těmto plynům pak vznikají vrstvy oxidů, nitridů. Díky tomu, že je proces reaktivního magnetronového naprašování závislý na mnoha faktorech, je možné vytvářet unikátní materiály, které by nebylo možné vytvořit jiným způsobem.

Cílem této práce je seznámení se s vlastnostmi tenkých vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a technologií reaktivního magnetronového naprašování pomocí aparatury PLS 160. Z dostupných zdrojů byl vypracován přehled vlastností vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Dále je navržen postup pro depozice tenkých vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , který je testován. Díky vytvořeným referenčním vzorkům je stanovena depoziční rychlost pro vytvoření testovacích vzorků. Vytvořené testovací vzorky budou podrobeny měření optických vlastností, mechanických vlastností a adheze. Tyto výsledky budou dále vyhodnoceny. Podle získaných vlastností a parametrů budou určeny a navrženy potenciální aplikace.

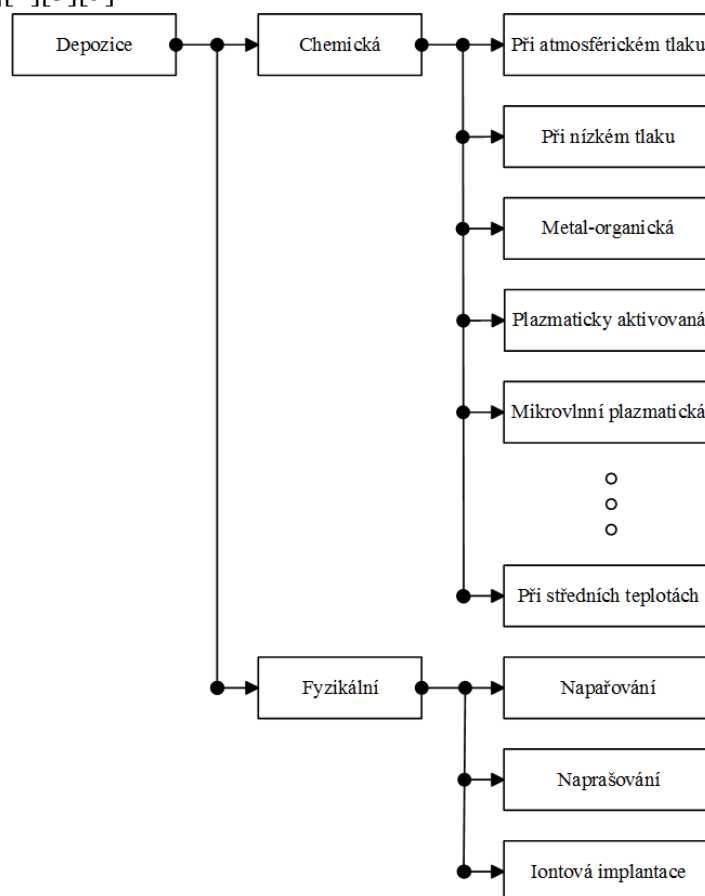
## 2. Teoretický úvod

V této kapitole jsou uvedeny metody pro vytváření tenkých vrstev. Podrobněji je popsána technologie magnetronového naprašování a hystereze při vytváření vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Dále jsou v této kapitole uvedeny vlastnosti naprašovaných vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , popis aparatury PLS 160 a měřicí metody pro vyhodnocení vlastností tenkých vrstev.

### 2.1. Metody pro vytváření tenkých vrstev

Vytváření tenkých vrstev se začalo uplatňovat s rozvojem průmyslu. Mezi hlavní úkoly tenkých povlaků patří například zvýšení životnosti namáhaných nástrojů nebo spalovacích komor motorů. Kromě zvýšené životnosti se povlaky používají také pro zlepšení adhezních vlastností, například jako mezivrstvy mezi nástrojem a ochrannou vrstvou, nebo pro odrážení UV záření. Tenké vrstvy tedy mají celou řadu využití od aplikací v mikroelektronice až po tribologii nebo optiku.

S vývojem a pokročilými požadavky vznikají také vyšší požadavky na říditelnost a přesnost procesu. Pro vytváření tenkých vrstev se používají dva technologické procesy: chemická depozice (CVD - chemical vapor deposition) a fyzikální depozice (PVD - physical vapor deposition). Tyto skupiny se dále dělí na jednotlivé modifikace (viz Obr. 2.1). [1][2][3][5]

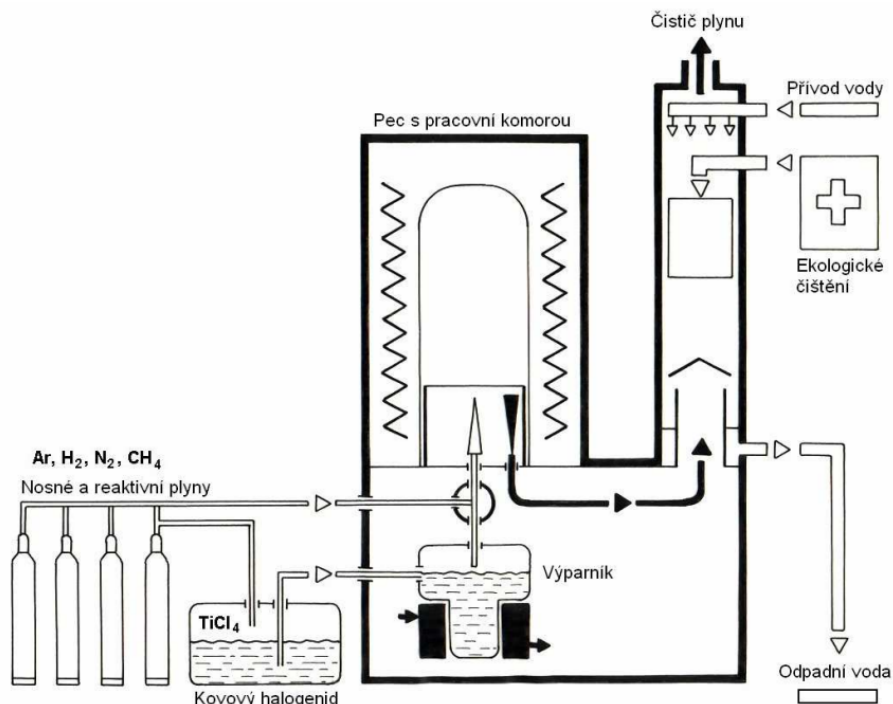


Obr. 2.1. Rozdělení metod CVD a PVD

### 2.1.1. Chemické depozice

Chemické metody pro depozice vrstev se používají pro vytváření vysoce kvalitních a pevných materiálů. Chemické depozice fungují na principu odpařování a chemických reakcí. Tento proces se odehrává při vysokých teplotách kolem 900 °C až 1100 °C. Reaktivní medium je do procesu přivedeno v plynné fázi. Pomocí chemických reakcí dojde k vytváření sloučenin a jejich usazování na zahřátý povrch substrátů. Reaktivní plyn je do pracovní komory připouštěn spolu s nosným plynem, který ovlivňuje rychlost růstu vrstev. Velikost vytvářených vrstev může dosahovat tloušťky kolem 13 μm. [1][2][3]

Pro technologii chemické depozice se používají aparatury (viz Obr. 2.2), které obsahují jeden ze dvou typů reaktorů. Jedná se o reaktor se studenou stěnou a reaktor s horkou stěnou. Při využití reaktoru se studenou stěnou dochází k reakcím, které spotřebovávají teplo (endotermické reakce). Stolek se substráty je vyhříván, zatímco stěny pracovní komory jsou ochlazovány a nedochází tak k usazování povlaku na stěny. Pokud je použita metoda reaktoru s horkou stěnou, je komora vyhřívána. Vytvářená vrstva se při depozici usazuje na substrátech i stěnách komory, což může ovlivnit výslednou čistotu vrstev. Tento proces se tedy používá zejména pro exotermické reakce. [2][3]



Obr. 2.2. Aparatura pro procesy chemické depozice [3]

Příklady metod chemické depozice:

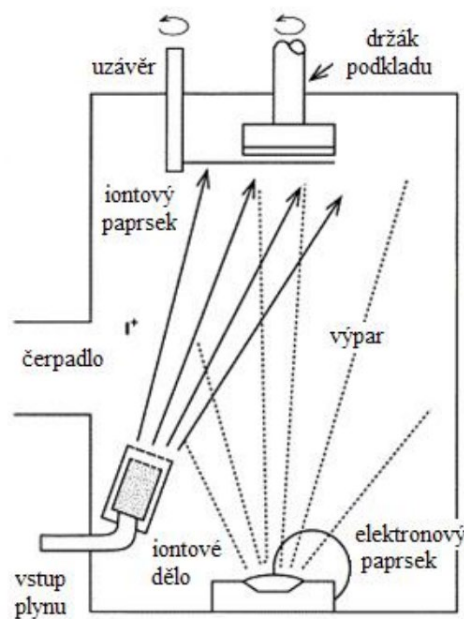
- APCVD – chemické depozice při atmosférickém tlaku
- LPCVD – chemické depozice při nízkém tlaku
- MOCVD – metal-organická chemická depozice
- PECVD - plazmaticky aktivovaná chemická depozice
- MPCVD - mikrovlnná plazmatická chemická depozice
- MTCVD – metoda chemické depozice při středních teplotách

### 2.1.2. Fyzikální depozice

Fyzikální depozice se používají pro vytváření vrstev s požadovanými mechanickými, optickými, chemickými nebo elektronickými funkcemi. Fyzikální depozice jsou založeny na fyzikálních principech, jako jsou odpařování nebo odprašování materiálů. Tyto odpařované nebo odprašované materiály se usazují na substrátu a vytváří tenkou vrstvu. Tento proces je možné snadno a jednoduše a přesně reprodukovat. Tyto metody patří mezi ekologicky šetrnější, neboť se zde nepoužívají toxické látky. Vysoká čistota výsledných vrstev závisí na čistotě použitých materiálů a vakuu. [2][3][4]

Během procesu fyzikální depozice se používá pracovní plyn, který má za následek udržování výboje nebo reakce s kovovými parami (například dusík). Sloučeniny vytvořené reakcemi se poté deponují na substrát v podobě přilnavé vrstvy. Celý proces fyzikální depozice probíhá ve vakuu. Během procesu se pracuje v rozmezí teplot 150 °C až 500 °C. Rozprašuje se materiál, který je uvolňován z tzv. terčů. Nanesená vrstva dosahuje obvykle tloušťky jednotek mikrometrů.

Velkou nevýhodou metod fyzikální depozice je celkem složitý vakuový systém (viz Obr. 2.3). [2][3][4]



Obr. 2.3. Napařování s elektronovým svazkem[1]

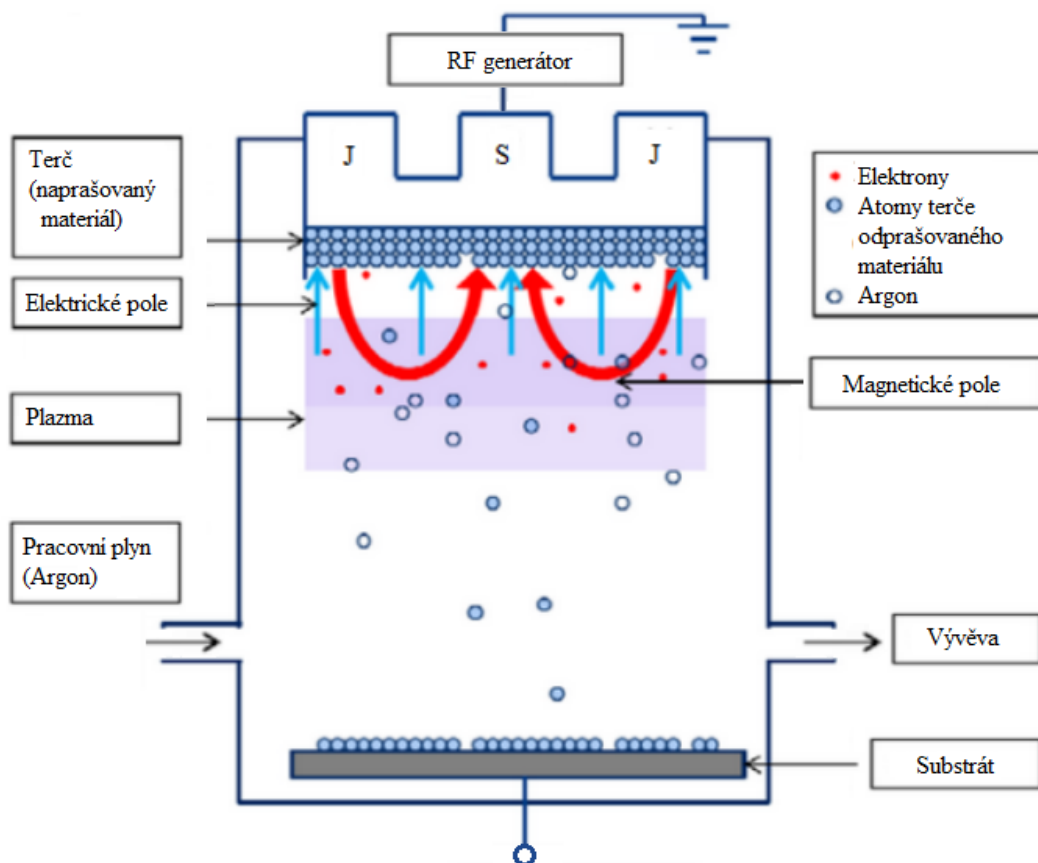
Další nevýhodou je tzv. stínový efekt, který má za následek nerovnoměrně vytvářející se povlak zejména na místech, kde není povrch kolmo na směr pohybu částic. Kvůli tomu je při procesu nutné se substráty pohybovat. [3]

Procesy fyzikálních depozic lze dále rozdělit:

- Napařování
  - Obloukové
- Napařování
  - Doutnavým výbojem rovinné diody
  - Magnetronové
- Iontová implantace

## 2.2. Technologie magnetronového naprašování

Magnetronové naprašování je technologie, která se vyvinula z katodového naprašování. V procesu magnetronového naprašování je na magnetron přivedeno záporné napětí. Do pracovní komory, která je vyčerpána na úroveň vakua, je připouštěn pomocí řízeného ventilu pracovní plyn. Tímto pracovním plynem bývá obvykle argon. Tlak v komoře se udržuje od 0,1 Pa do 2 Pa. Pomocí tlakové špičky pracovního plynu nebo zvýšením zápalného napětí se v pracovní komoře zapálí doutnavý výboj, plasma. Díky vzniklému výboji začne probíhat ionizace pracovního plynu. Tyto kladné ionty pracovního plynu jsou přitahovány k magnetronu, na kterém je připevněn terč. Přítomné elektrony jsou ovlivňovány Lorentzovou silou. Díky tomu se elektrony pohybují po spirálách a zvyšují pravděpodobnost další ionizace v doutnavém výboji. Poté co ionizovaná částice plynu narazí do terče, vyrazí atomy daného materiálu z terče. Vyražené atomy rozprašovaného materiálu se po uvolnění z terče deponují na vnitřním povrchu pracovní komory a také na připraveném vzorku, který je umístěn na stolku uvnitř komory (viz Obr. 2.4). Stolek bývá obvykle odpojen, uzemněn nebo připojen ke generátoru s nastaveným předpětím. [6][7]



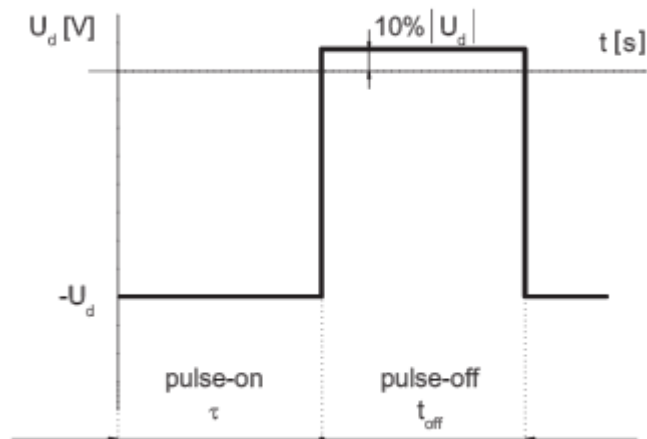
Obr. 2.4. Magnetronové naprašování [1]



### 2.3. Pulzní reaktivní magnetronové naprašování

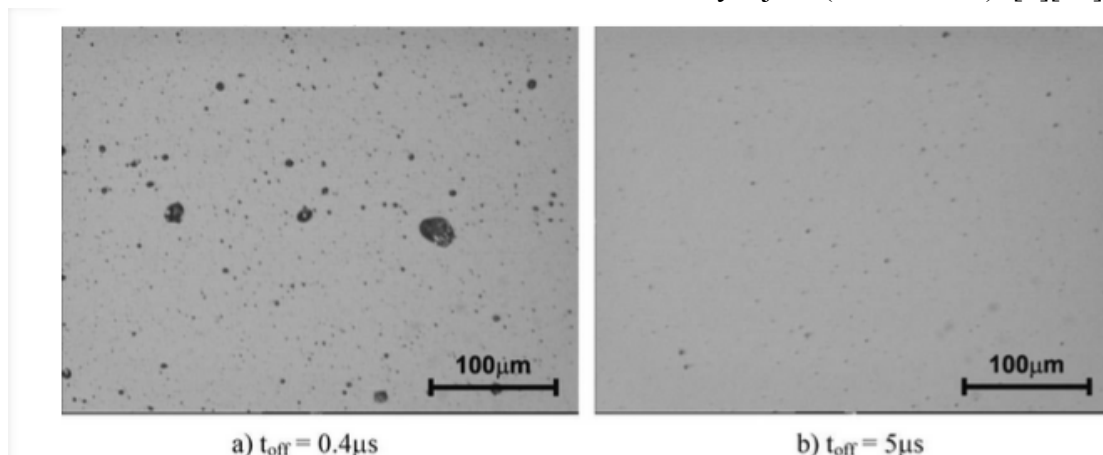
Reaktivní magnetronové naprašování je technologií, která navazuje a rozšiřuje technologii magnetronového naprašování. Hlavním rozdílem během procesu je připouštění reaktivního média, plynu, kterým může být například kyslík, dusík. Během procesu depozice vytváří tento plyn chemickou reakci a dochází k vytváření sloučenin, jako jsou například oxidy, nitridy nebo karbidy. [7][9]

Vytváření těchto sloučenin má uplatnění i u pulzního naprašování nevodivých vrstev. K tomu je zapotřebí použít vysokofrekvenční pulzní generátor, jehož pracovní frekvence se pohybuje v rozmezí od 20 kHz až po 400 MHz. Během doby jednoho pulzu generátoru je terč s rozprašovaným materiálem nejdříve odprašován (pulse - on), přičemž na terči zároveň vzniká dielektrická vrstva díky reaktivnímu plynu. Na konci doby pulzu dojde k otočení polarity pulzu (viz Obr. 2.5) a vybití akumulovaného náboje v dielektrické vrstvě přes vodivé plazma v okolí terče (pulse - off). [8][9][10]



Obr. 2.5. Pulz vysokofrekvenčního pulzního generátoru[10]

Dobu naprašování a vybíjení dielektrické vrstvy je možné nastavit pomocí střídavé doby (Duty cycle). Díky tomu je možné naprašovat dielektrické vrstvy s velmi malou hodnotou vodivosti. Pomocí pulzního generátoru je nevodivý terč střídavě nabíjen a vybíjen a nedochází k nežádoucím mikroobloukům nebo mikrovýbojům (viz Obr. 2.6). [9][10]



Obr. 2.6. Povrch vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pro dobu vybíjení terče  $0,4\mu\text{s}$  a dobu  $5\mu\text{s}$  [10]

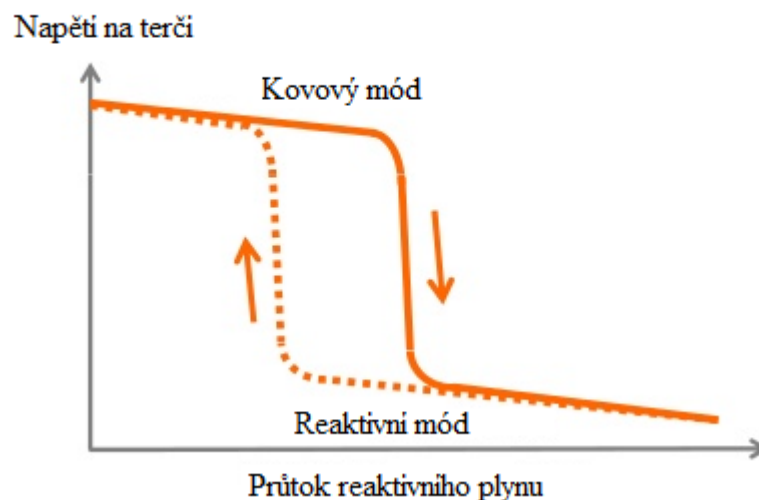
## 2.4. Hystereze pulzního reaktivního naprašování $\text{Al}_2\text{O}_3$ vrstev

Proces pulzního reaktivního naprašování vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  není jednoduché realizovat. Hlavním problémem je totiž hystereze závislosti stavu povrchu terče na průtoku reaktivního plynu, kyslíku. Na této hysterezní křivce také závisí, jaká vrstva bude procesem vytvořena. Hysterezní křivka pro naprašování vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se skládá ze tří základních částí. Tyto části jsou: kovový (metalický) mód, přechodový mód a mód reaktivní (viz Obr. 2.7).[11][12]

Při zvyšování průtoku kyslíku během zapáleného doutnavého výboje začne docházet k pozvolnému snižování napětí na terči. V tomto případě se naprašuje v kovovém módu. Při dalším zvýšení průtoku začne docházet k nestabilitě, kterou je možné udržovat. V tomto případě je naprašována vrstva nestechiometrického  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Pokud je průtok kyslíku dále zvýšen, napětí na terči začne prudce klesat. V tento okamžik se proces nachází v přechodovém módu, který je velice nestabilní a vede do reaktivního módu. [11][12]

Tento přechod do reaktivního módu má za následek otrávení terče. Otrávení terče je stav, kdy je povrch terče zcela pokryt vrstvou oxidu hlinitého. Díky přechodu do reaktivního módu dojde k chemické reakci na povrchu terče, změní se depoziční rychlost a začne se akumulovat náboj ve vzniklé dielektrické vrstvě  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na povrchu terče. Akumulovaný náboj může být příčinou zničení deponovaných vrstev vlivem mikrovýboje. Pokud je průtok kyslíku v reaktivním módu snižován, začne pozvolna růst napětí na terči. Terč přestává být přesycen reaktivním plynem a začne docházet k naprašování požadované vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Při naprašování vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  je proces blízko druhého přechodového módu. Velmi důležité je dbát na kontrolu napětí. V případě, že je napětí dále zvýšeno, začne docházet ke skoku přes přechodový mód do módu kovového. V tomto případě je naprašovaná vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3$  již nepoužitelná, neboť do dielektrické vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byla naprášena vrstva vodivého  $\text{Al}_x\text{O}_y$ . [11][12]

### Hysterezní efekt naprašování $\text{Al}_2\text{O}_3$



Obr. 2.7. Závislost napětí na průtoku reaktivního plynu[12]

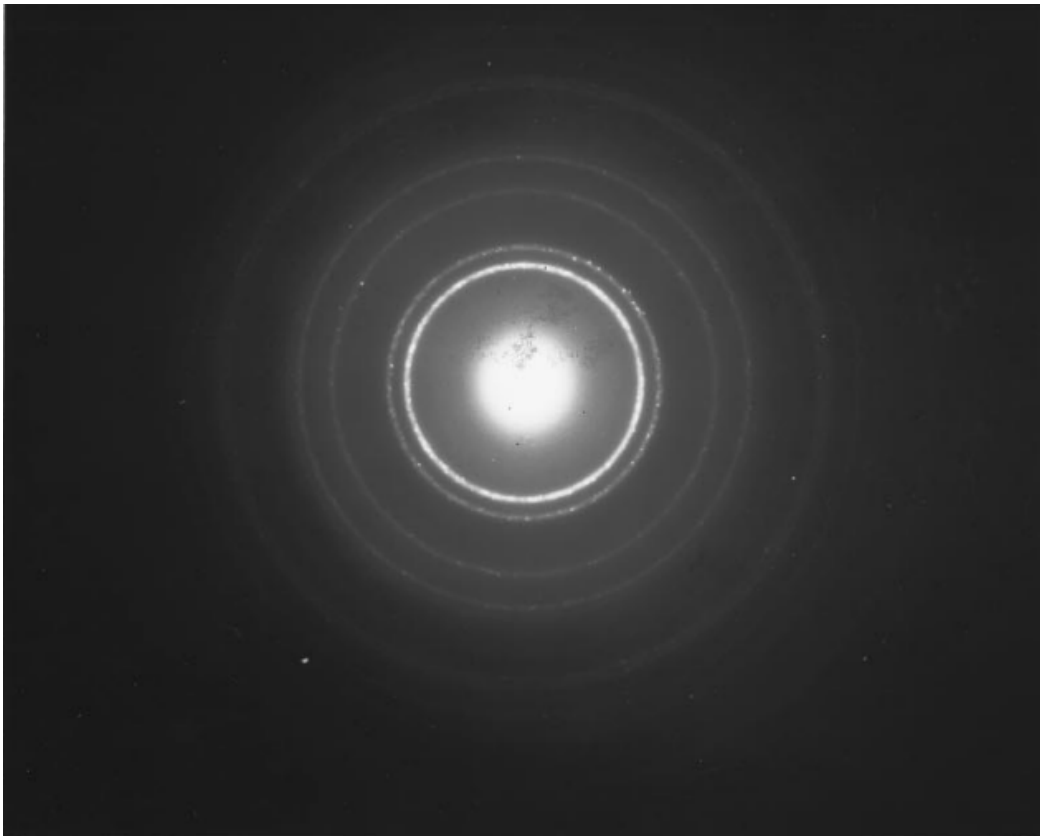
## 2.5. Vlastnosti naprašovaných vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$

Tenké vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a jejich struktury jsou považovány za velice zajímavý a perspektivní materiál, který by v budoucnu mohl nahradit dielektrické vrstvy oxidu křemičitého ( $\text{SiO}_2$ ). Vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nejsou úplnou novinkou, neboť na této technologii bylo již v minulosti provedeno velké množství výzkumné práce. Svědčí o tom velké množství publikací z posledních několika let.[17][18]

Jednotlivé vlastnosti vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  lze určit různými metodami. Zde jsou uvedeny jejich jednotlivé vlastnosti pro technologii naprašovaných vrstev.

Pomocí analýzy protonového rozptylu lze sledovat přítomnost vodíku ve vytvořené vrstvě a také určit jejich atomový poměr. Bylo vypočítáno, že poměr pro vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vůči vodíku je roven 1 : 0,03. [13]

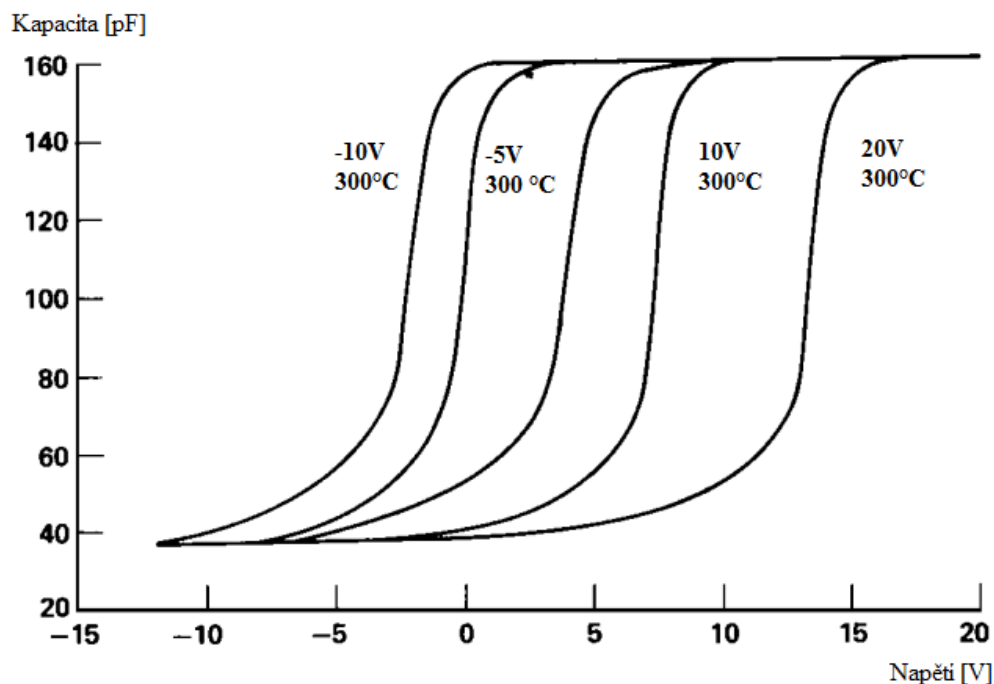
Mezi další znaky naprašovaných vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  patří také mikrostruktura. Tu je možné zkoumat například pomocí transmisní elektronové mikroskopie nebo rentgenové difrakční analýzy. Fotografie (viz Obr. 2.8) je pořízena z transmisního elektronového mikroskopu, kde byla pozorována amorfni krystalická fáze  $\text{Al}_2\text{O}(\text{OH})_2$  na uhlíkové mřížce. Na obrázku je možné pozorovat vzniklý difraktogram struktury  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Tloušťka pozorované vrstvy je 150 nm. [13]



Obr. 2.8. Difraktogram vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [13]

Další velká skupina pozorování  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vrstev je věnována elektrickým vlastnostem. Mezi tyto pozorované vlastnosti patří C-V charakteristiky, hodnota dielektrické konstanty, průrazné napětí a rezistivita. Zkoumaná vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byla naprašena na křemíkovou desku

dotovanou fosforem. Tloušťka oxidu hlinitého byla 190 nm. Uvedená C-V charakteristika (viz Obr. 2.9) byla měřena při frekvenci 1 MHz. [13]



Obr. 2.9. C-V charakteristiky přechodu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a P-Si substrátu [13]

Z C-V charakteristiky je dále možné určit i hodnotu dielektrické konstanty, která má obvyklou hodnotu přibližně 10. Z C-V charakteristik byla její hodnota určena na 9,96. Vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3$  má také široký zakázaný pás, jehož hodnota se pohybuje kolem 8,8 eV - 9 eV. Hodnota průrazného napětí vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se pohybuje kolem hodnoty 4 MV/cm<sup>2</sup>. Rezistivita, která byla měřena při napětí 50 V a proudu přibližně 10 nA, byla rovna přibližně  $1 \times 10^{12} \Omega\text{cm}$ . [13][14][15][16]

Mezi další důležité parametry pozorované u vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  patří optické vlastnosti. Do této kategorie spadá především index lomu, který je přibližně roven 1,66 pro stechiometrické vrstvy pro tloušťku kolem 500 nm. Kromě indexu lomu patří mezi další zajímavé vlastnosti vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  propustnost v infračerveném a ultrafialovém spektru. V infračervené oblasti mají vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  propustnost kolem 80 % od vlnočtu 1000 cm<sup>-1</sup>. Pod tuto mez je propustnost v infračervené oblasti přibližně 30 %. V ultrafialovém spektru se propustnost vytvořené vrstvy pohybuje od 10 % při vlnové délce 200 nm až po 95 % propustnost při 350 nm. [13][14][16]

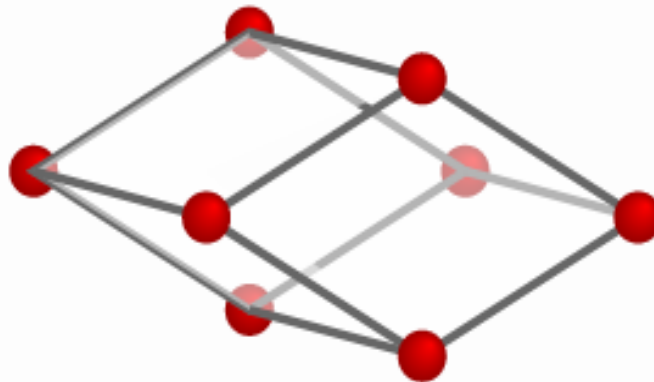
Vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vytvořené naprašováním mají vysokou pevnost a tvrdost, která se pohybuje od 7,9 GPa do 21 GPa (například: 12,5 GPa pro atomový poměr 60 % kyslíku a 40 % atomového poměru hliníku ve vrstvě  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Hustota naprašovaných  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vrstev se pohybuje kolem 3970 kg/m<sup>3</sup>. Vrstvy dále mají vysokou teplotu tání (přibližně 2000 °C – 2100 °C). [15][16][17][18]

Tenké vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  jsou tedy vysoce izolační, opticky transparentní a chemicky stabilní materiál. [17][18]

## 2.6. Vlastnosti fází tenkých vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$

Vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  lze také rozdělit podle fází, kterých je přibližně dvacet. Každá z jednotlivých fází má své unikátní vlastnosti, díky kterým se používají v širokém spektru aplikací. Nejdůležitějšími fázemi  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vrstev jsou:  $\alpha$ - fáze a metastabilní struktury, jako jsou:  $\gamma$ - fáze,  $\kappa$ - fáze a  $\theta$ - fáze. Formování fází je závislé na metodě procesu naprašování a teplotě substrátu.[17][18]

Fáze  $\alpha$  má z uvedených vrstev největší termodynamickou stabilitu v celém teplotním spektru. Fázi  $\alpha$  je možné vytvořit pomocí chemické depozice. Aby došlo k úplnému zformování  $\alpha$ - fáze  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , je nutné vrstvu vystavit teplotě přes  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ . Pro tak vysoké teploty je možné jako substrát použít pouze několik málo materiálů. Fáze  $\alpha$  má klencovou (trigonální) krystalickou mřížku (viz Obr. 2.10), je transparentní, stabilní s velkou šířkou zakázaného pásu  $8,8\text{ eV}$ .  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vrstva se pod teplotou  $400\text{ }^\circ\text{C}$  vyskytuje jako amorfni. Protože je  $\text{Al}_2\text{O}_3$  velmi zajímavým a důležitým materiálem pro dielektrické aplikace, je nutné si uvědomit, že se amorfni filmy liší ve svých elektrických vlastnostech v závislosti na způsobu jejich přípravy. Například depoziční rychlost vypařovaného filmu má zásadní vliv na hodnotu dielektrické konstanty.[17][18][19][20]

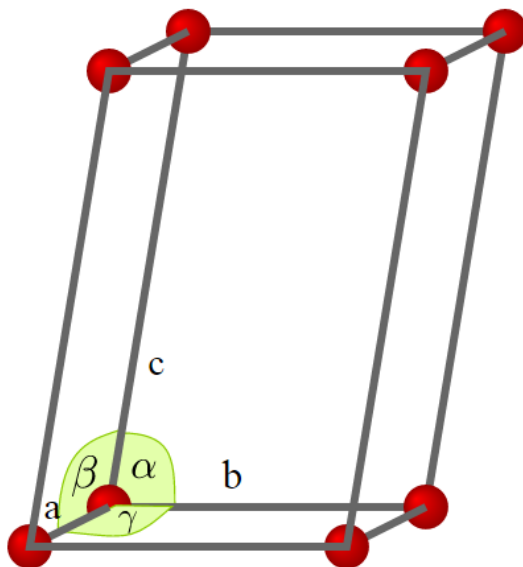


Obr. 2.10. Trigonální, klencový model krystalografické struktury[28]

Fáze  $\gamma$  patří mezi metastabilní fáze tenkých vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Tuto fázi je možné vytvořit pomocí pulzní laserové depozice za nižších teplot ( $400\text{ }^\circ\text{C} - 600\text{ }^\circ\text{C}$ ) než u fáze  $\alpha$ . V této oblasti nižších teplot je tvoření fáze  $\gamma$  dominantní. Epitaxní tenká vrstva  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  má kubickou krystalografickou mřížku, která je podobná perovskitům nebo spinelům s ferroickými nebo multiferroickými vlastnostmi. Hustota vrstvy  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  se pohybuje kolem  $3700\text{ kg/m}^3$ . Šířka zakázaného pásu má hodnotu kolem  $7,2\text{ eV}$ . Tuto fázi lze změnit žíháním na fázi  $\alpha$  při teplotě  $800\text{ }^\circ\text{C} - 1200\text{ }^\circ\text{C}$  po dobu dvanácti hodin. Fáze  $\gamma$  má široké uplatnění jako povlak, adsorbent nebo měkké abrazivo.[19][21][22][23][24][25]

Fáze  $\kappa$  patří mezi metastabilní fáze  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Je možné ji vytvořit pomocí chemické depozice nebo fyzikální depozice z plynné fáze. Fáze  $\kappa$  má kosočtverečnou (orthorombickou) krystalickou mřížku. Dále má menší pórovitost, jemnější velikost zrna a nižší tepelnou vodivost. Metastabilní fázi  $\kappa$  lze převést na stabilní fázi  $\alpha$  tepelným zahříváním v průběhu depozice nebo zahříváním po depozici. Fáze  $\kappa$  se pod teplotou  $800\text{ }^\circ\text{C}$  vyskytuje jako amorfni. Předností fáze  $\kappa$  je vyšší tvrdost ve srovnání s  $\alpha$ -fází.[19][26][27][29]

Fáze  $\theta$  se řadí do skupiny metastabilní fáze  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Má jednoklonnou prostorovou mřížku (viz Obr. 2.11). Dále má nižší pórovitost než fáze  $\gamma$ . Šířka zakázaného pásu se pro fázi  $\theta$  pohybuje okolo 7,4 eV. Teplota tání této má hodnotu přibližně 1050 °C. Při této teplotě začne docházet ke změně na fázi  $\alpha$ . Hustota vrstvy  $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$  se pohybuje kolem  $3600 \text{ kg/m}^3$ . [19]



Obr. 2.11. Jednoklonná krystalická mřížka [28]

Vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  je možné připravit několika různými způsoby. Kromě samotného pulzního reaktivního naprašování lze tyto vrstvy připravovat například pomocí chemické depozice, sol-gel procesem, sprejovou pyrolýzou, odpařováním elektronovým svazkem, katodovým obloukem ve vakuu nebo pulzní laserovou depozicí, která je pro vytváření vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nejvýhodnější.

Použití vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  má tedy vysoký potenciál k tomu, aby nahradila nyní používanou dielektrickou vrstvu  $\text{SiO}_2$ .  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vrstvy jsou používány v různých oblastech, jako jsou optoelektronika, mikroelektronika, tribologie nebo optika.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vrstvy se vyskytují také v transparentních vrstvách korundové keramiky, obrazovkách OLED, solárních selektivních povlacích, ve čtečkách čárových kódů, optických čočkách nebo ochranných vrstvách oken, žáruvzdorných povlacích, antireflexních vrstvách nebo v optických vlnovodech. Z uvedených příkladů je patrné, že se jedná opravdu o moderní konstrukční materiál. Všechny uvedené aplikace mají velmi důležitý požadavek, kterým je perfektní homogenita vrstvy, malá povrchová drsnost s možností kontrolovat tloušťku tenké vrstvy při jejím vytváření. [19]

## 2.7. Aparatura PLS160

Aparatura PLS 160, na které je možné deponovat vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , se skládá z několika různých externích a vnitřních přístrojů. Uvnitř aparatury se nachází membránová a turbomolekulární vakuová vývěva, orientační měrka vakua v komoře, modul Quido, vnitřní elektronika pro řízení vakuových vývěv a boční panel pro zapínání čerpacích zařízení. Boční panel dále obsahuje indikátor chladicího okruhu. Jako chladicí kapalina je zde používána voda, která je potřeba pro chlazení vakuových vývěv a magnetronu. Mezi externí zařízení patří čtyři průtokoměry značky Alicat, RF generátor Cesar 136, pulzní generátor Pinnacle, MKS Baratron Typ 627D (viz Obr. 2.12) s převodníkem PR4000B-F a Piraniho měrka předvakua.

Před započetím procesu reaktivního pulzního naprašování je nutné zapnout chladicí okruh a nechat vyčerpat komoru aparatury pomocí membránové a turbomolekulární vývěvy. Pomocí vakuových vývěv je možné aparaturu vyčerpat na tlak blízký se k 0,1 mPa. Jakmile tlak v pracovní komoře klesne pod 13 Pa, je možné otevřít ventil Baratronu, aniž by došlo k jeho poškození. Ventil Baratronu je nutné nechat otevřený, aby došlo k ustálení měrky před začátkem depozice. Díky tomu je možné zabránit zkreslení získaných údajů tlaku. Pomocí převodníku PR4000B-F je možné sledovat velmi přesně hodnotu tlaku uvnitř pracovní komory.



Obr. 2.12. MKS Baratron typ 627D



Jakmile je aparatura vyčerpána na požadovaný tlak (alespoň 0,1 mPa - 0,3 mPa) je možné dokončit přípravu depozice. Pomocí ovládacího software v LabView lze inicializovat generátory, průtokoměry, modul Quido a Baratron s převodníkem. Pomocí modulu Quido je potřeba nastavit správné propojení generátorů (viz Obr. 2.13) s magnetronem nebo stolkem. Připojení generátorů je možné také ovládat pomocí bočního panelu aparatury. Jakmile je generátor připojen na magnetron, je možné provést nastavení výkonu, doby zapnutí generátoru, nastavení vyrovnávacích kapacit, náběhu výkonu a dalších potřebných parametrů. Pokud je potřeba použít pro depozici pulzní generátor je potřeba nastavit dostatečný výkon, frekvenci a dobu překlopení pulzu (vybití terče).



Obr. 2.13. Vysokofrekvenční generátor Cesar 136 a pulzní generátor Pinnacle plus

Po nastavení generátorů je nutné nastavit potřebný průtok požadovaného plynu. K tomu slouží čtyři průtokoměry Alicat, na které je připojen kyslík, dusík, argon a metan. Před začátkem depozice je dále nutné vynulovat převodník Baratronu PR4000B-F (viz Obr. 2.14). Nulování se provádí díky plovoucí nule, kterou je možné na Baratronu nastavit. Díky tomu obsluha nemusí přepočítávat veškeré získané údaje z depozičního procesu. Jakmile jsou nastaveny průtokoměry, generátory i Baratron, je možné začít proces reaktivního naprašování.



Obr. 2.14. Převodník měřky Baratronu PR4000B-F

Před zapálením doutnavého výboje je nutné vytvořit tlakovou špičku pomocí ventilů. Díky tomu, že je po zapnutí výstupu generátoru do aparatury vpuštěno vyšší množství pracovního plynu, je možné snadno doutnavý výboj zapálit (viz Obr. 2.15). Během depozice je možné pomocí průtokoměrů měnit průtok pracovního plynu. Pomocí přizpůsobovacího členu (vyrovnávacích kapacit) generátoru je zapotřebí nastavit zpětně

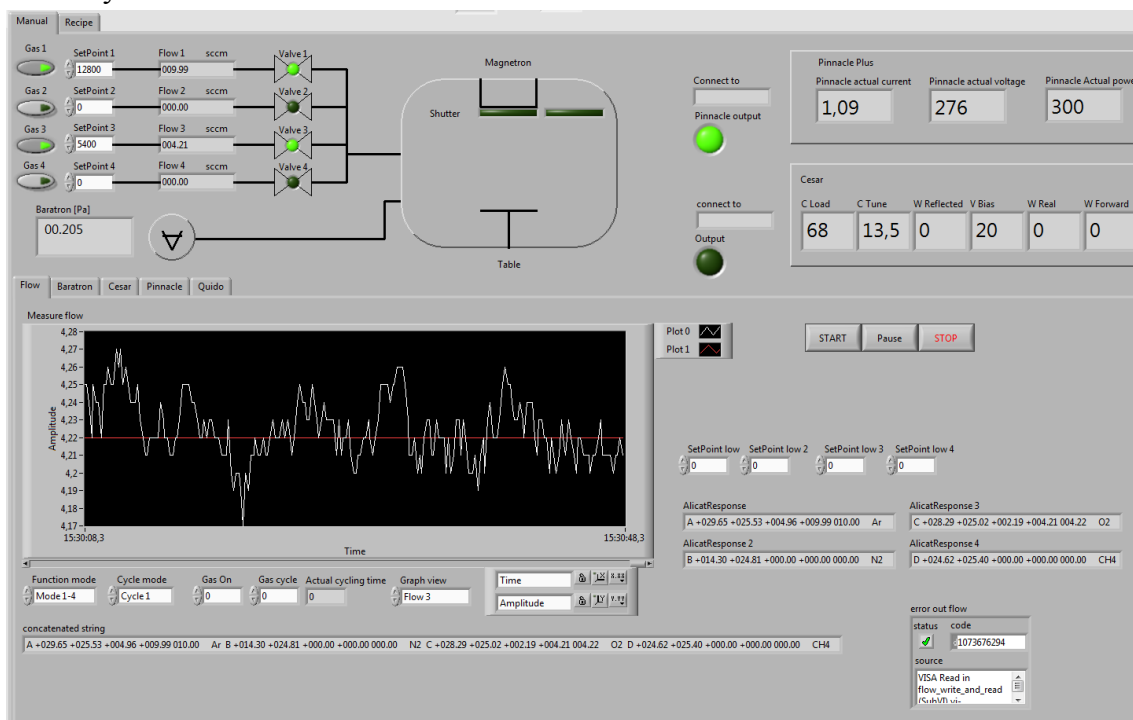


odražený výkon na nulu. Díky Baratronu můžeme v programu graficky sledovat změny tlaku uvnitř komory. Všechny depoziční údaje během procesu zpracovává obslužný program do textových souborů, aby byla možná reprodukce procesu. Zápis dat je velice výhodný, neboť je možné zpětně hledat chyby v procesu, jako je například nečekané zhasnutí výboje nebo neočekávané vypnutí generátoru.



Obr. 2.15. Zapálený doutnavý výboj uvnitř komory aparatury PLS160

Celý proces pulzního reaktivního naprašování je časově náročný zejména díky dlouhé době čerpání aparatury. Díky obslužnému programu (viz Obr. 2.16) je možné dostatečně rychle reagovat na změny během depozice. Dále je možné dostavovat depoziční parametry.



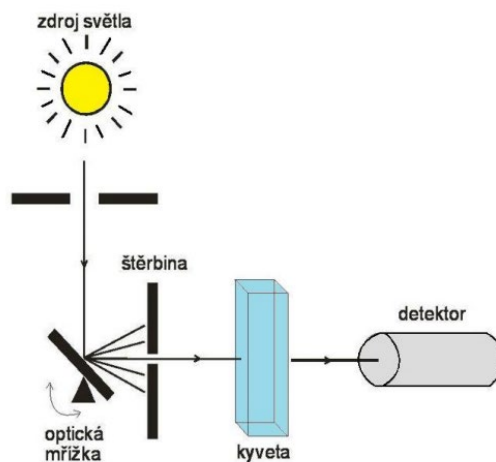
Obr. 2.16. Ovládací program aparatury PLS160

## 2.8. Měřicí metody

Pro vyhodnocení vlastností tenkých vrstev se používá velké množství měřicích metod. Podle typu vrstvy je možné určit optické vlastnosti, jako jsou propustnost nebo absorpce. Kromě optických vlastností je důležité zjistit také mechanické vlastnosti vrstev. Mezi tyto vlastnosti patří především tvrdost a modul pružnosti, které lze získat pomocí vtiskových zkoušek. Dalším zkoumaným parametrem vytvořených vrstev je adheze, kterou je možné určit pomocí vrypové zkoušky.

### 2.8.1. Spektrofotometrie

Spektrofotometrie je jedna z metod pro stanovení optických vlastností materiálů. Mezi vlastnosti, které je možné určit pomocí spektrofotometrie, patří například propustnost a absorpce. Tyto vlastnosti jsou určeny ve vybraném rozpětí vlnových délek. Princip metody spočívá v absorpci elektromagnetického záření během průchodu pozorovaným vzorkem. V oblasti viditelného spektra je každá barva spojena s určitým rozsahem vlnové délky. Vzorky s valenčními elektrony, které lze vybudit do vyšší energetické hladiny, mohou absorbovat záření o určité vlnové délce. Tato vlnová délka následně odpovídá rozdílu energií mezi elektronovými hladinami. Pokud je vlnová délka pohlcena v oblasti viditelného spektra, vzorek bude pro lidské oko barevný. Měřicí přístroj, který umožňuje získat závislost propustnosti, případně absorpce na vlnové délce, se nazývá spektrofotometr (viz Obr. 2.17). [30][31]



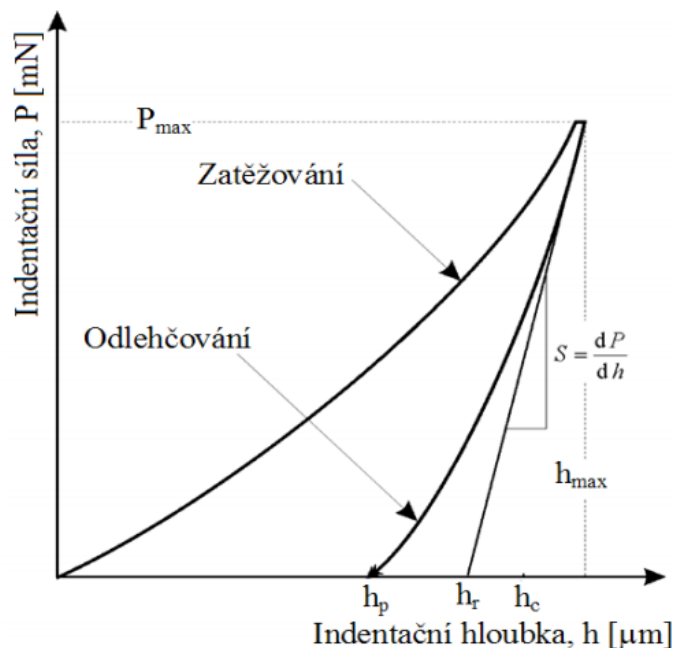
Obr. 2.17. Ilustrační schéma spektrofotometru [30]

Spektrofotometr se skládá z několika základních částí, jako jsou zdroj světla, monochromátor, detektor a další optické prvky. Jako zdroj světla je možné použít v oblasti viditelného spektra například halogenovou žárovku nebo xenonovou výbojku. Pro oblast infračerveného záření se používá například wolframová lampa, lasery nebo vysokotlaké rtuťové výbojky. Záření ze zdroje světla dále dopadá na monochromátor, který zároveň plní funkci optické mřížky. Díky naklonění monochromátoru je možné spojitě měnit vlnovou délku. Mezi kyvetou a monochromátorem se nachází štěrbinina. Tato štěrbinina určuje rozsah vlnových délek, které prochází směrem ke kyvetě s umístěným vzorkem. Záření nakonec dopadá na detektor, kterým může být například fotodioda. [30][31]

### 2.8.2. Vtisková zkouška

Vtisková zkouška patří mezi metody, díky kterým je možné stanovit mechanické vlastnosti tenkých vrstev. Princip metody spočívá v měření hloubky vniknutí hrotu do vzorku a pozorování nárůstu a poklesu zatížení v průběhu celého měření. Toto měření je možné provést pomocí indentoru. Podle typu zkoušky je nutné použít vhodný indentační nástroj, kterým je obvykle diamantový hrot. Tvar hrotu je dále určen podle typu zkoušky (podle Vickerse, Brinella, Rockwella, Knoop). [33][35]

Měření pomocí vtiskové zkoušky lze rozdělit na dvě části. V první části je provedeno řízené postupné zatěžování. V průběhu zatěžování je na indentor postupně aplikována nastavená zatěžovací síla. Ve druhé části měření dochází k odlehčení. Toto odlehčení je způsobeno postupným snižováním síly působící na indentor. Mezi zatěžování a odlehčování je možné vložit časovou prodlevu. Tato časová prodleva způsobí, že je vzorek vystaven nejvyššímu zatížení. Díky tomu je možné zjistit tzv. tečení materiálu (creep). V průběhu měření je zaznamenávána hloubka vtisku. Protože se jedná o destruktivní metodu měření, vtisky na vzorku zůstávají. To umožňuje získat parametry, jako jsou například tvrdost a modul pružnosti. Pokud dojde v průběhu měření kromě plastické deformace také k deformaci elastické, bude výsledná maximální hloubka nižší než skutečná. Tento jev je možné pozorovat na indentační křivce (viz Obr. 2.18) zakřivením průběhu při odlehčování. [32][34][35]



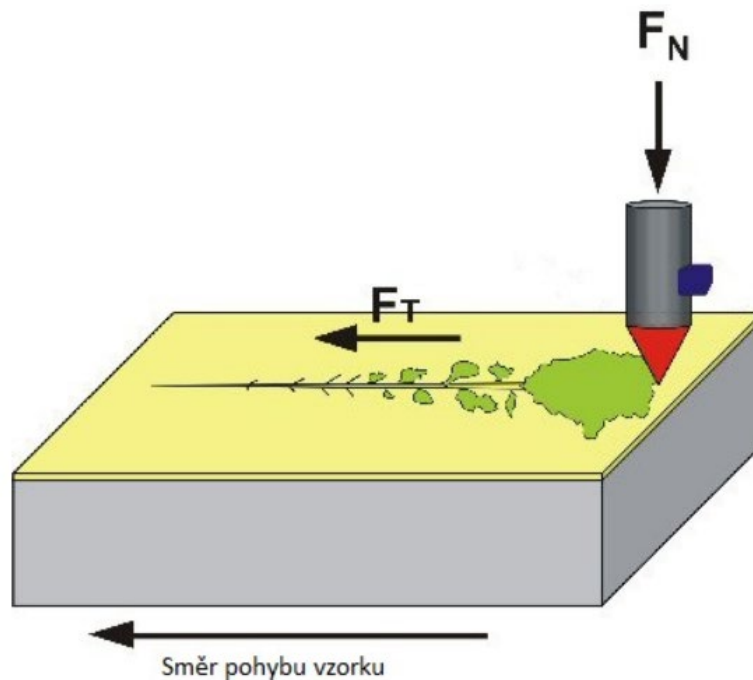
Obr. 2.18. Indentační křivka vtiskového testu [35]

### 2.8.3. Vrypová zkouška

Vrypová zkouška patří mezi nejrozšířenější metody pro měření adheze. Tato metoda se používá především v oblastech průmyslu a vědy, dále také v oblasti výzkumu ve vývoji nových depozičních technik. Vrypová zkouška byla původně používána ke zjišťování tvrdosti pomocí Mohsovy stupnice. Kromě měření tvrdosti se dříve vrypová zkouška používala například k určování abrazivních vlastností pomocí opakovaného testu. Princip vrypové zkoušky spočívá v pohybu vzorku nebo hrotu a postupném zatěžování hrotu. Indentor je možné zatěžovat skokově nebo plynule. Postupným zatěžováním se indentor dostane až na hranici vrstvy a substrátu. Zde vlivem indentoru začne docházet ke zvyšování pnutí mezi testovanou vrstvou a nosným substrátem. Síla, při které nastane odtržení vrstvy od substrátu, se nazývá kritické zatížení. Toto zatížení charakterizuje míru adheze vrstvy k substrátu. [32][33][34]

Provedení samotného měření je spojeno s přípravou vzorku. Vzorek musí být dostatečně hladký, aby v průběhu zkoušky nedošlo ke zkreslení výsledků. Z tohoto důvodu je u některých vzorků potřeba provádět leštění povrchu a tím odstranit nežádoucí drsnost. Leštění vrstvy je nutné provést takovým způsobem, aby nedošlo k vytvoření trhlin nebo prasklin před začátkem měření.[35][36]

Vývoj deformace vrstvy v průběhu zkoušky je možné rozdělit do čtyř základních částí. V první části ve vrstvě dojde k vytvoření plastických deformací. Při zvýšení přtlaku indentoru ve druhé části začnou vznikat trhliny. Tyto trhliny se mohou vytvořit přímo ve vrypu nebo v jeho okolí. Při dalším zvýšení síly začne docházet k odlupování vrstvy v podobě třísek. Pod plným zatížením pak dojde k úplnému odlupování vrstvy křehkým lomem (viz Obr. 2.19).[36]



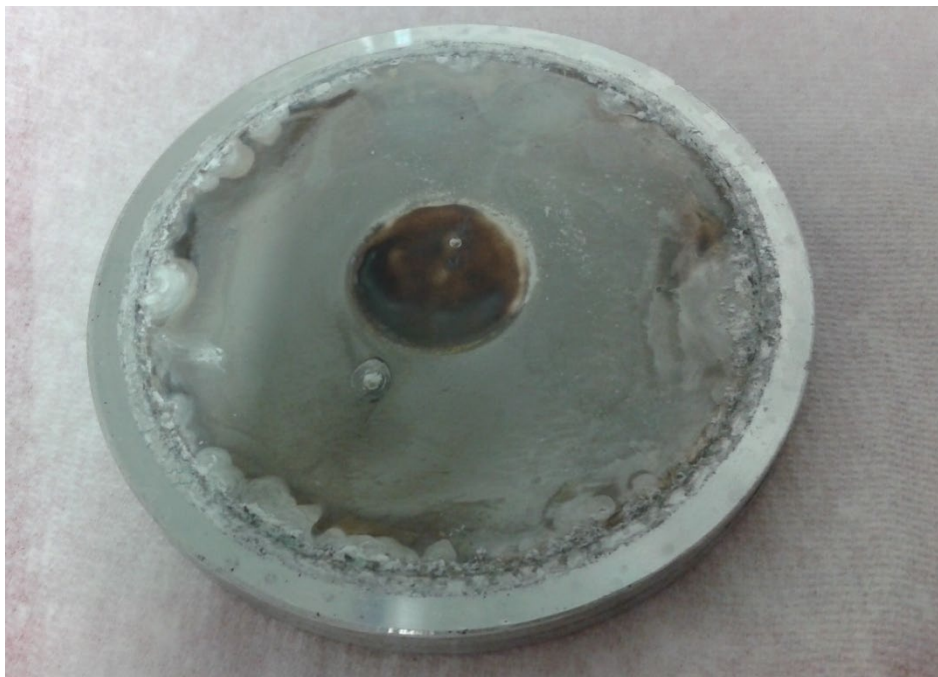
Obr. 2.19. Ilustrační schéma vrypového testu s deformací vrstvy [33]

## 3. Praktická část

V této kapitole jsou postupně popsány jednotlivé kroky, které bylo nutné provést pro vytvoření testovaných vrstev. Jedná se o návrh procesu pro nový terč a testování nového terče. Dále je zde uveden postup přípravy vzorků. V této kapitole je také popsáno technologické okno starého a nového hliníkového terče. Pro nový terč byly získány hodnoty depozičních časů a byly vytvořeny testovací vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

### 3.1. Návrh realizace vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$

Nový návrh realizace vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byl vytvořen kvůli výměně starého hliníkového terče (viz Obr. 3.1). Na tomto terči se postupným provozem vytvořila výrazná erozní zóna. Starý hliníkový terč byl dále poškozen ze strany chladicího okruhu. Pokud by byl terč dále používán, mohlo by dojít k mikrotrhlinám v terči. Tyto mikrotrhliny by měly za následek prosakování vody do komory aparatury, mohlo by dojít i k zaplavení aparatury. Z tohoto důvodu byl starý terč vyměněn za nový hliníkový terč, který byl připájen na měděnou podložku. Kvůli rozdílné velikosti nového a starého terče je nutné znovu navrhnout, upravit a ověřit používaný proces reaktivního naprašování vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



Obr. 3.1. Starý poškozený hliníkový terč

Aby bylo možné vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  znovu naprašovat, bylo nutné zjistit procesní parametry starého terče. Díky tomu byly navrženy parametry depozice pro nový terč. Bylo velmi důležité prozkoumat data z laboratorního deníku aparatury PLS160. Z laboratorního deníku bylo zjištěno, že proces depozice  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se skládá ze tří částí: čištění podložky, čištění terče a naprašování.

Před začátkem depozice byla aparatura vyčerpána na tlak v řádu 0,1 mPa. Čištění podložky bylo uskutečněno pomocí vysokofrekvenčního generátoru, který byl připojen

na stolek. Generátor byl nastaven na výkon  $P_F=20$  W, při hodnotách vyrovnávacích kapacit  $C_L = 13,4$  % a  $C_T = 65$  %. Napětí na stolku se pohybovalo kolem  $U_{SUB} = -285$  V. Hodnota odraženého výkonu byla  $P_R = 0$  W. Průtok argonu byl nastaven na hodnotu 38400 (hodnota na vstupu převodníku regulátoru průtoku), což odpovídá 30 sccm. Parciální tlak uvnitř komory byl 0,420 Pa - 0,414 Pa. Délka procesu čištění podložky byla nastavena na 4 minuty.

Druhou částí depozice bylo čištění terče. Během této části procesu bylo přivedeno na magnetron 300 W výkonu z pulzního zdroje Pinnacle Plus. Generátor měl dále nastavenou frekvenci na hodnotu 150 kHz a dobu vybíjení terče 1  $\mu$ s. Napětí na magnetronu během čištění terče bylo  $U_{MAG} = -394$  V a proud byl roven  $I_{MAG} = 0,76$  A. Průtok argonu byl nastaven na hodnotu 10 sccm (12800 pro regulátor průtoku). Parciální tlak uvnitř komory byl  $p = 0,145$  Pa. Doba čištění terče byla nastavena na 2 minuty.

Po čištění terče byl do komory připouštěn reaktivní plyn, v tomto případě kyslík. Hodnota průtoku kyslíku byla stanovena na 11,72 sccm (hodnota 15000 pro vstup regulátorů průtoku). Přítomnost kyslíku bylo možné zpozorovat i díky změně barvy plazmatu. Při hodnotě průtoku 11,72 sccm byl terč v reaktivním módu a došlo k jeho otrávení. Hodnota průtoku byla dále snižována až k hranici přeskočení do kovového módu. Minimální možný průtok kyslíku při zavřené cloně v reaktivním módu naprašování byl 3,13 sccm. Při tomto průtoku se napětí magnetronu nastavilo na hodnotu kolem -270 V. Jakmile byl nastaven nejnižší možný průtok, byla otevřena clona. Díky tomu došlo k naprašování vrstvy  $Al_2O_3$  na připravené vzorky.

Během poslední části procesu naprašování byl po otevření clony regulován průtok kyslíku. Jako indikátor naprašovacího módu sloužilo odečítané napětí na magnetronu. Po otevření clony došlo ke změně napětí na hodnotu kolem  $U_{MAG} = -250$  V. Snižováním průtoku se bylo možné přiblížit ještě blíže ke kolenu přeskočení do metalického módu. Naprašování v blízkosti kolena, resp. přeskočení do metalického módu má zejména výhodu v lepších vlastnostech naprašovaných vrstev a vyšší deponiční rychlosti. Hodnota průtoku pro argon byla během naprašování 10 sccm. Velikost průtoku kyslíku byla regulována tak, aby se napětí magnetronu pohybovalo kolem  $U_{MAG} = -275$  V. Průtok kyslíku se pro toto napětí na magnetronu v průběhu depozice pohyboval v rozmezí od 1,72 sccm až po 1,95 sccm, napětí na magnetronu při procesu mírně rostlo. Parciální tlak v komoře se pohyboval kolem  $p = 0,173$  Pa. Zvýšením průtoku bylo možné napětí na magnetronu zpětně doladit na určenou hodnotu. Díky tomu byl terč ve stejném stavu v průběhu naprašování. Depozice naprašované vrstvy  $Al_2O_3$  byla stanovena na 15 minut od otevření clony. Tlak v komoře po ukončení naprašování byl roven 1,1 mPa. Z těchto parametrů bylo nutné vycházet, aby bylo možné proces znovu navrhnout.

Pro nový terč (viz Obr. 3.2) byla navržena stejná procesní posloupnost operací: čištění podložky, čištění terče a naprašování. Pro čištění podložky byly navrženy parametry pro výkon generátoru  $P_F = 20$  W, hodnoty vyrovnávacích kapacit nebylo možné bez spuštění procesu dostatečně přesně určit. Proto byly navrženy původní hodnoty kapacit  $C_L = 65$  % a  $C_T = 13,5$  %. Téměř jistým předpokladem je nutnost doladění kapacit tak, aby se nevytvářel zpětně odražený výkon. Hodnota průtoku argonu byla ponechána na 30 sccm. V případě zhasnutí výboje bude nezbytné doutnavý výboj znovu zapálit a průtok zvýšit. Doba čištění podložky byla stanovena na 4 minuty.



Pro operaci čištění terče bylo navrženo použití pulzního generátoru Pinnacle, jehož výkon bude nastaven na hodnotu  $P = 300 \text{ W}$ , frekvenci  $f = 150 \text{ kHz}$  a doby vybíjení terče  $T_{\text{off}} = 1 \text{ } \mu\text{s}$ . Tyto původně optimalizované hodnoty nebudou změněny. Velikost průtoku pracovního plynu (argonu) byla ponechána na hodnotě  $10 \text{ sccm}$ . Během čištění terče bude nutné sledovat, zda nedošlo ke zhasnutí doutnavého výboje. V případě, že dojde ke zhasnutí výboje, bude nutné průtok zvýšit. Doba pro čištění terče bude nutné pro první depozici prodloužit na 5 minut. Díky tomu by mělo dojít k odprášení nečistot na povrchu terče do clony.



Obr. 3.2. Nový hliníkový terč nainstalovaný k magnetronu

Před otevřením clony bude dále nutné zjistit, jak vypadá hysterezní křivka pro nový terč. Poté, co bude zjištěna hysterezní křivka, bude možné zjistit, pro jakou hodnotu průtoku kyslíku se proces nachází v reaktivním a metalickém módu. Než bude clona otevřena, bude zapotřebí zjistit také průtok pro otrávení terče. Otrávení terče by mělo být určeno podle napětí na magnetronu. Otrávení terče proběhne v době, kdy se proces naprašování dostane z metalického do reaktivního módu. Tento skok by se měl projevit prudkým poklesem napětí magnetronu. Jakmile bude zjištěna hodnota průtoku pro otrávení terče, bude snižován průtok, dokud se bude proces nacházet v reaktivním módu. Oblast, které by mělo být dosaženo, se vyskytuje těsně před zpětným skokem do kovového módu. Jakmile bude zjištěna hodnota průtoku kyslíku pro tuto oblast, bude možné otevřít clonu a začít naprašovat reaktivní vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Pro dosažení co nejlepší stechiometrie povrchu se bude během naprašování průtok kyslíku dále dostavovat. Po otevření clony dojde k mírnému poklesu napětí. Průtok kyslíku bude nutné velice opatrně snižovat tak, aby nedošlo ke skoku do kovového módu. K indikaci bude opět sloužit napětí na magnetronu. Pro proces naprašování budou použity stejné hodnoty výkonu, frekvence a doby vybíjení terče. Velikost průtoku argonu bude  $10 \text{ sccm}$ .

### 3.2. Testování aparatury a hystereze pro naprašování vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$

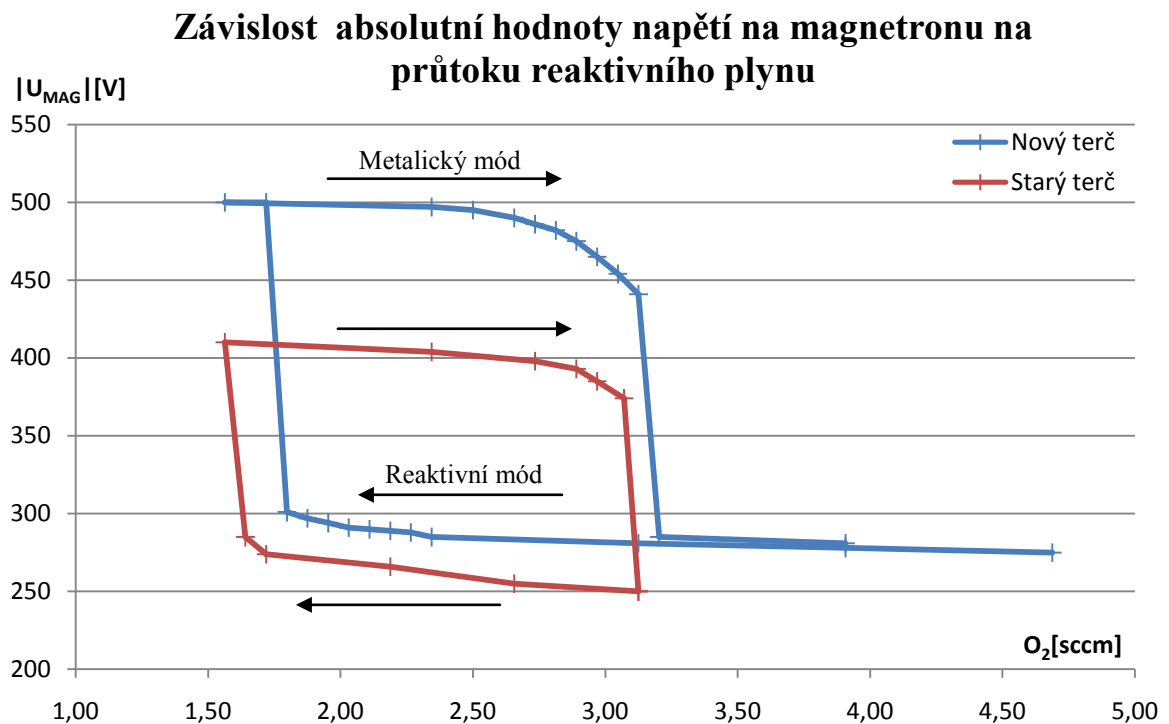
Pro nový hliníkový terč byly provedeny depozice podle návrhu. Díky tomu byly získány parametry pro naprašování. Nejlepším způsobem jak zjistit depoziční parametry bylo ověření celé hysterezní křivky pro naprašování  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Aparatura byla vyčerpána na tlak 0,17 mPa. Při první části procesu čištění podložky bylo zjištěno, že se při původních hodnotách nastavení kondenzátorů ( $C_L = 65\%$  a  $C_T = 13,5\%$ ) objevil zpětně odražený výkon. Aby došlo k potlačení odraženého výkonu, bylo nutné vyrovnávací kapacity přeladit na hodnoty  $C_L = 68\%$  a  $C_T = 13,7\%$ . Při průtoku 30 sccm argonu byl parciální tlak v komoře aparatury  $p = 0,416\text{ Pa} - 0,420\text{ Pa}$ . Napětí na stolku bylo rovno  $U_{\text{SUB}} = -294\text{ V}$ . Pro srovnání procesu se starým terčem došlo k nárůstu napětí na stolku přibližně o 10 V.

V dalším kroku bylo provedeno čištění terče. K tomu byl použit pulzní generátor, na kterém byl nastaven výkon  $P = 300\text{ W}$ , frekvence  $f = 150\text{ kHz}$  a doba vybíjení terče  $1\text{ }\mu\text{s}$ . Do aparatury bylo připouštěno 10 sccm argonu, přičemž parciální tlak v komoře aparatury byl  $p = 0,145\text{ Pa}$ . Napětí magnetronu bylo rovno  $U_{\text{MAG}} = -484\text{ V}$  a proud roven  $I_{\text{MAG}} = 0,62\text{ A}$ . Ve srovnání s procesem, kdy byl používán starý terč, došlo ke zvýšení napětí na magnetronu o 90 V a poklesu proudu o 0,14 A.

Po dokončení čištění terče byl do aparatury připouštěn reaktivní plyn, kyslík. Během regulace kyslíku bylo zjištěno, že k otrávení terče dojde při průtoku 11,72 - 12,5 sccm. Při těchto hodnotách napětí na magnetronu klesne na hodnotu -260 V až -265 V. Poté bylo možné provést otevření clony a hledat nastavení průtoku pro naprašování vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Během hledání optimální oblasti pro naprašování vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byla proměřena celá hysterezní křivka. Díky tomu lze vzájemně porovnat původní i nový terč (viz Obr. 3.3).

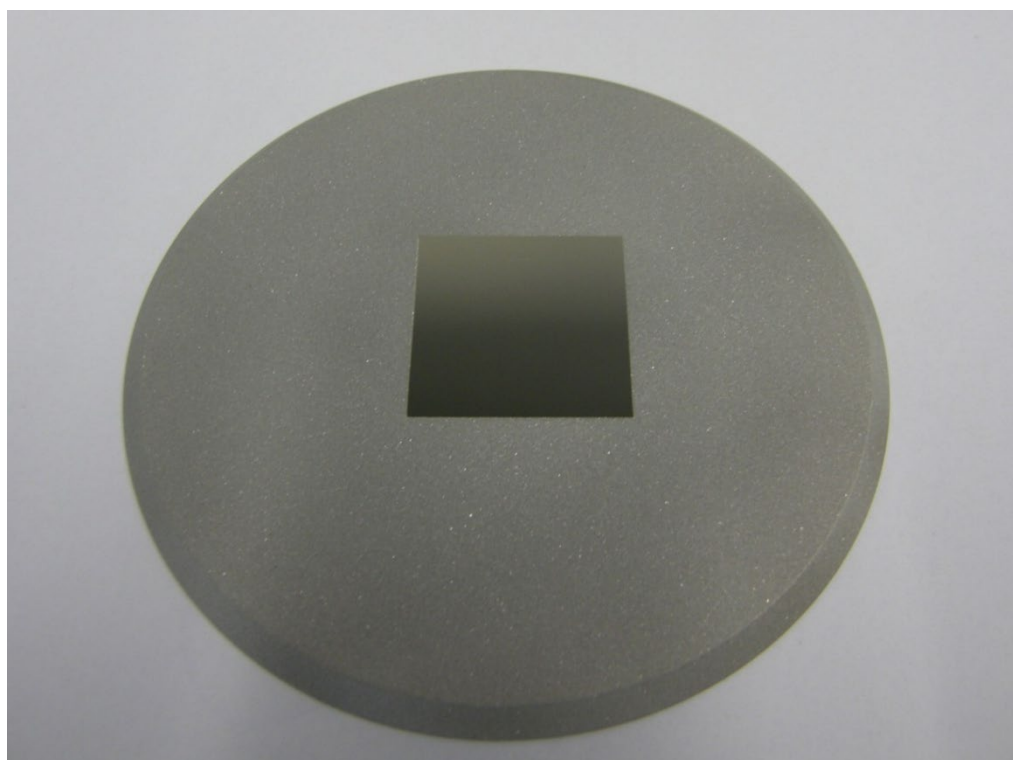


Obr. 3.3. Závislosti absolutní hodnoty napětí na magnetronu na průtoku kyslíku



Z hysterezní křivky pro nový terč je zřejmé, že celkově došlo ke zvýšení napětí na magnetronu a k mírnému zvýšení průtoku reaktivního plynu. Ze získaných dat pro nový terč je patrné, že po otrávení terče, snížení průtoku a otevření clony je nutné dále snižovat průtok ideálně pod hranici 2,5 sccm kyslíku při  $U_{MAG} = -284$  V, parciálním tlaku  $p = 0,180$  Pa. Skok do metalického módu nastal při průtoku pod 1,8 sccm kyslíku při  $U_{MAG} = -301$  V, parciálním tlaku  $p = 0,169$  Pa. Pro starý hliníkový terč se tyto hodnoty pohybovaly od průtoku 2,2 sccm při  $U_{MAG} = -266$  V a parciálním tlaku  $p = 0,174$  Pa pro 1,65 sccm při  $U_{MAG} = -291$  V a parciálním tlaku  $p = 0,155$  Pa, kdy docházelo k přeskokům do metalického módu.

Při skoku do metalického módu došlo podle předpokladů k prudkému nárůstu napětí, kdy byla naprašována vrstva  $Al_xO_y$  (viz Obr. 3.4). Hodnota napětí na magnetronu pro nový terč byla rovna  $U_{MAG} = -500$  V, zatímco pro starý terč se tato hodnota pohybovala kolem -410 V.



Obr. 3.4. Naprašovaná vrstva  $Al_xO_y$  na skleněném substrátu

Proto, aby byl proces vrácen zpět do reaktivního módu, bylo nutné začít zvyšovat průtok kyslíku. Díky postupnému zvyšování kyslíku docházelo k poklesu napětí na terči. Velmi zajímavá zde byla oblast před skokem do reaktivního módu, kde bylo možné naprašovat nestechiometrické vrstvy  $Al_2O_3$ , které nejsou transparentní a mají tmavě modrou až černou barvu. Tyto vrstvy by bylo možné novým terčem realizovat při poklesu napětí kolem  $U_{MAG} = -440$  V při průtoku 3,13 sccm kyslíku a parciálním tlaku  $p = 0,160$  Pa. Pro starý terč se tato oblast pohybovala kolem  $U_{MAG} = -370$  V při 3,08 sccm kyslíku a parciálním tlaku  $p = 0,159$  Pa. Pro starý terč bylo tyto hodnoty velmi těžké udržovat, neboť se nachází v přeskoku do reaktivního módu. Aby je bylo možné realizovat, bylo by nutné přeladit vyrovnávací kapacity. Tlak v aparatuře po skončení depozice byl 0,078 mPa.

### 3.3. Příprava vzorků

Pro naprašování vrstev bylo nezbytné připravit vzorky. Tyto vzorky, substráty byly během procesu naprašování vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  umístěny v pracovní komoře na stolku. Jako substráty byly vybrány vzorky křemíku a mikroskopických sklíček.

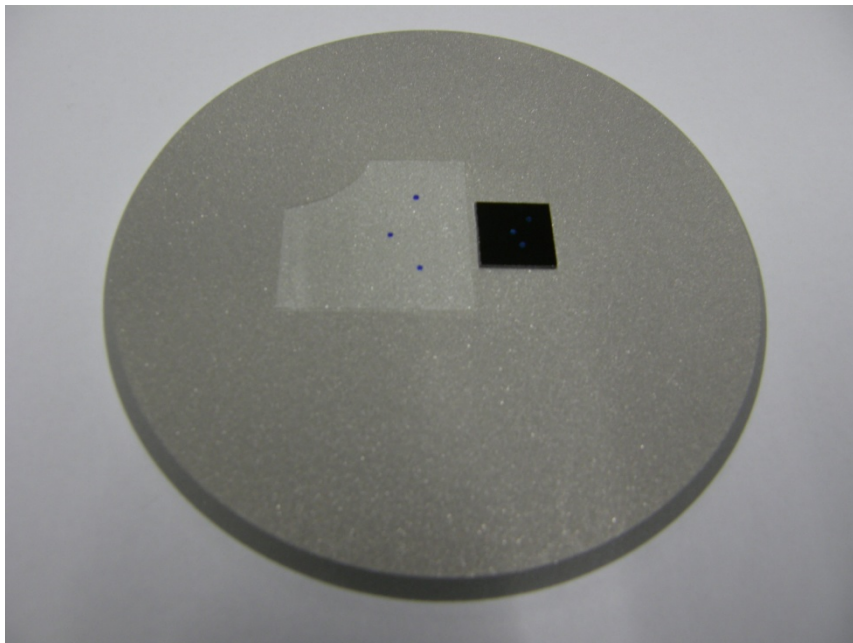
Příprava vzorků křemíku je následující:

- Rýhování křemíkové desky diamantovým hrotem (mřížka cca  $1 \times 1$  cm)
- Čištění křemíkové desky deionizovanou vodou
- Rozlámání desky na křemíkové vzorky
- Čištění jednotlivých vzorků v roztoku čistícího přípravku Simple green a deionizované vody
- Oplach vzorku deionizovanou vodou
- Ofouknutí, osušení vzorku pomocí stlačeného dusíku
- Kontrola čistoty na mikroskopu

Příprava mikroskopických sklíček je následující:

- Čištění jednotlivých vzorků v roztoku čistícího přípravku Simple green a deionizované vody
- Oplach vzorku deionizovanou vodou
- Ofouknutí, osušení vzorku pomocí stlačeného dusíku
- Kontrola čistoty na mikroskopu

Během čištění je velmi důležité provést operace oplachu a osušení co nejrychleji, neboť dochází k postupnému zasychání vodních kapek na povrchu vzorku. Tyto usušené kapky mohou být potenciálním vznikem poruch, což je nežádoucí. Mohou například ovlivňovat adhezi mezi substrátem a naprašovanou vrstvou, nadeponovaná vrstva poté nemusí na substrátu držet. Čisté vzorky byly dále umístěny na hliníkovou podložku a označeny popisovačem (viz Obr. 3.5).



Obr. 3.5. Vzorky, substráty umístěné na hliníkové podložce

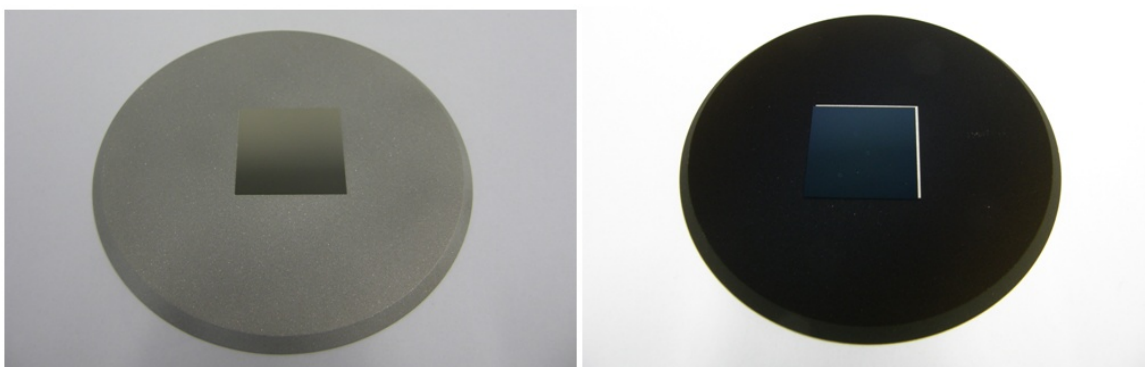
### 3.4. Technologické okno starého terče

Se starým hliníkovým terčem bylo výhodné provést ověření již dosažených vrstev z předchozích let. Výhodou byla především aktualizace depozičních dat a nalezení parametrů pro nově nainstalovaný generátor Cesar 136.

Pro první testy po hysterezní křivce byla použita pouze mikroskopická sklíčka (24 × 24 mm). V jednotlivých testech byly postupně na substráty naprašovány: vrstva  $Al_xO_y$ , vrstva nestechiometrického  $Al_2O_3$  a vrstva stechiometrického  $Al_2O_3$ . Předpokládaným výsledkem je lesklá vrstva  $Al_xO_y$ , netransparentní vrstva nestechiometrického  $Al_2O_3$  a transparentní vrstva stechiometrického  $Al_2O_3$ .

Vrstva  $Al_xO_y$  byla naprašována po testování metalického módu při depozičních parametrech:  $U_{MAG} = -410$  V, průtoku argonu 10 sccm, průtoku kyslíku 1,56 sccm a parciálním tlaku v komoře  $p = 0,155$  Pa. Výsledkem této depozice byla lesklá vrstva.

Na druhý vzorek byla naprašována vrstva nestechiometrického  $Al_2O_3$ . Tato depozice byla provedena v oblasti před skokem do reaktivního módu. Získané depoziční parametry byly:  $U_{MAG} = -374$  V, průtok argonu 10 sccm, průtok kyslíku 3,07 sccm a parciální tlak v komoře  $p = 0,158$  Pa. Během depozice bylo možné i bez spektrálního analyzátoru pozorovat změnu vyzařovaného spektra plazmatu z růžového do tmavě fialového. Po depozici byla na podložce a vzorku naprášena tmavě modrá až černá vrstva, což by mělo odpovídat nestechiometrickému  $Al_2O_3$  (viz Obr. 3.6).

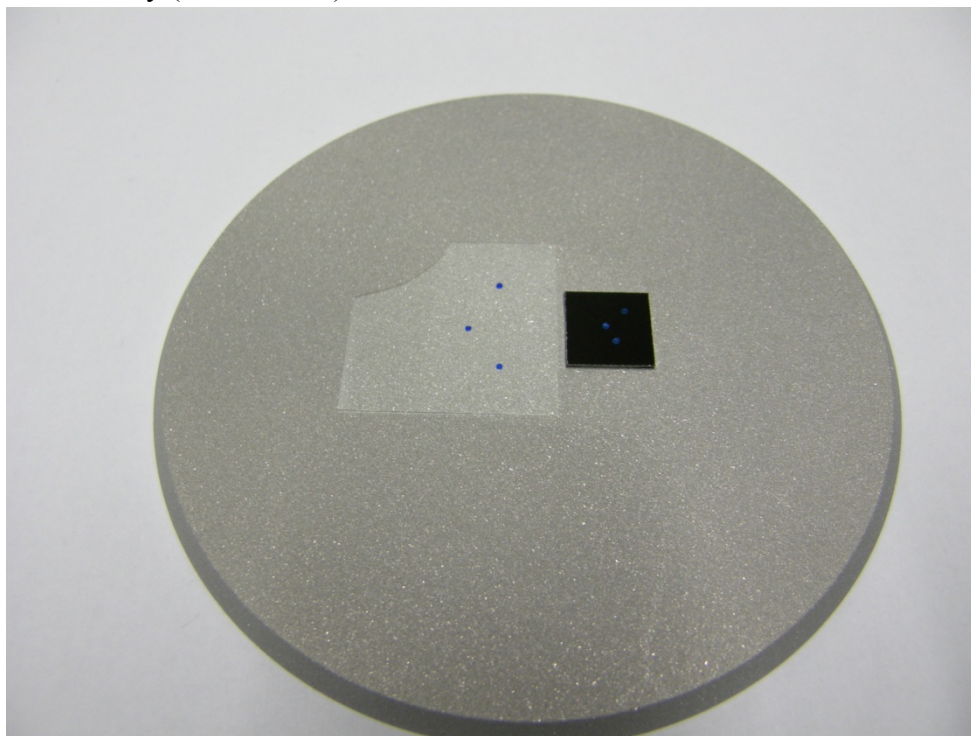


Obr. 3.6. Vrstva  $Al_xO_y$  na skle a vrstva nestechiometrického  $Al_2O_3$  na skle

Na třetím vzorku byla naprašována vrstva stechiometrického  $Al_2O_3$ . Depozice byla provedena se startem v otráveném módu terče. Parametry při depozičním procesu byly následující:  $U_{MAG} = -274$  V, průtok argonu 10 sccm, průtok kyslíku 1,72 sccm a parciální tlak v komoře  $p = 0,172$  Pa. Výsledkem depozice byla transparentní vrstva na skle. Tímto byly potvrzeny základní údaje z laboratorního deníku.

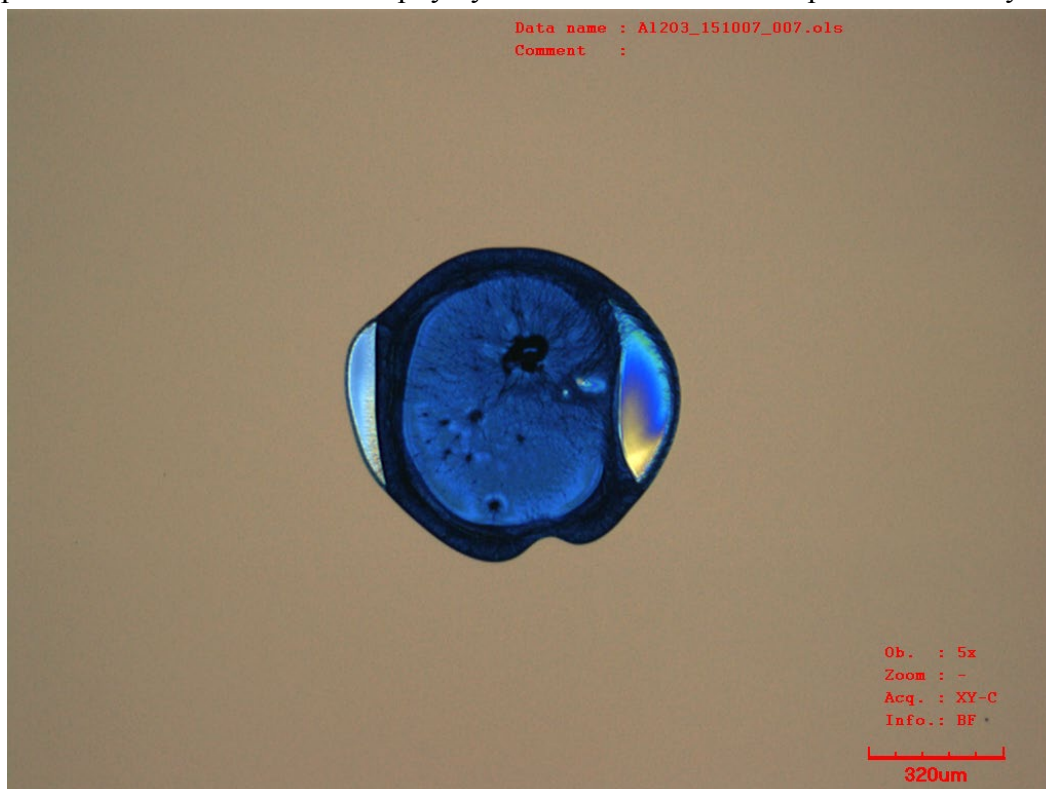
Díky ověřeným parametrům depozice na hysterezní křivce, bylo možné pokračovat v naprašování vrstev  $Al_2O_3$ . Jako další test bylo zvoleno naprašování stechiometrických vrstev  $Al_2O_3$  v nejširším možném rozmezí průtoku reaktivního kyslíku. Postupně byly provedeny depozice pro napětí na magnetronu:  $U_{MAG} = -255$  V;  $-265$  V;  $-275$  V;  $-285$  V. Změna napětí na magnetronu byla dosažena pomocí rozdílného průtoku reaktivního plynu

(kyslíku) během jednotlivých depozičních procesů. Výsledkem jednotlivých depozic byly transparentní vrstvy (viz Obr. 3.7).



Obr. 3.7. Vrstva stechiometrického  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – depozice  $\text{Al}_2\text{O}_3$ \_151007

Tyto transparentní vrstvy byly zkoumány pod mikroskopem, kde bylo provedeno pozorování naprášené vrstvy před čištěním (viz Obr. 3.8) a po čištění v ultrazvukové čističce (viz Obr. 3.9). Čištění ultrazvukem bylo nutné provést kvůli nanesené kapce z popisovače. Po odstranění této kapky byla změřena tloušťka nadeponované vrstvy.



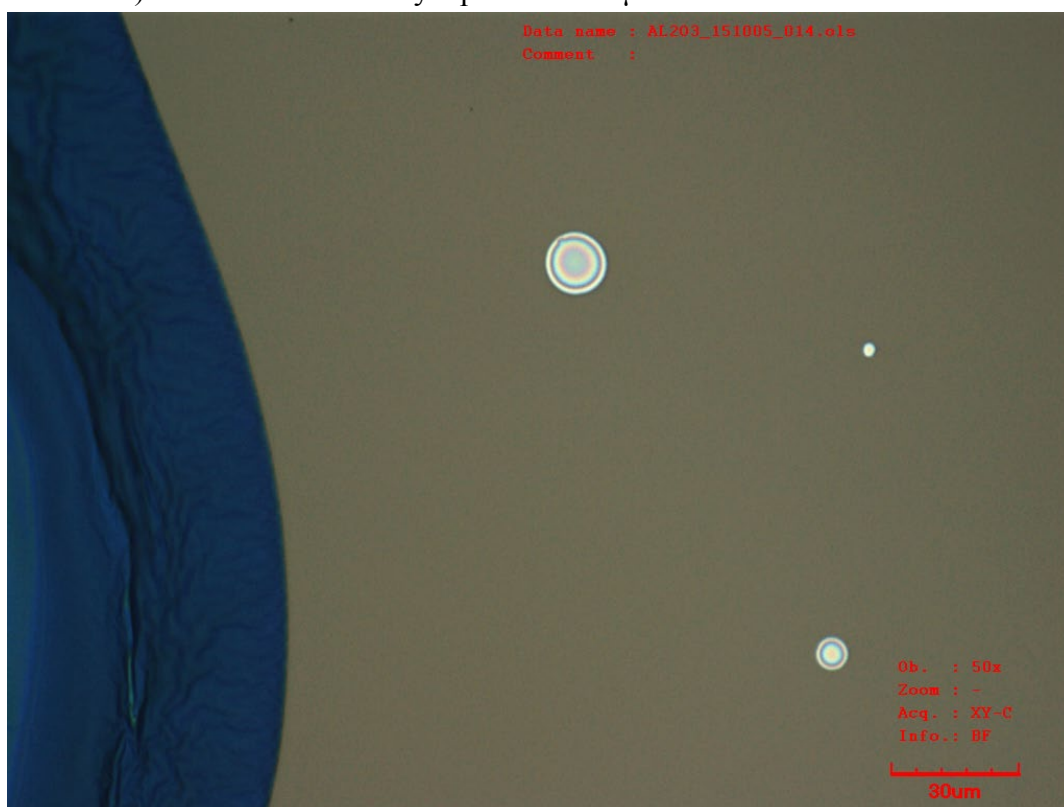
Obr. 3.8. Detail stechiometrické vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ \_151007 s kapkou na křemíku





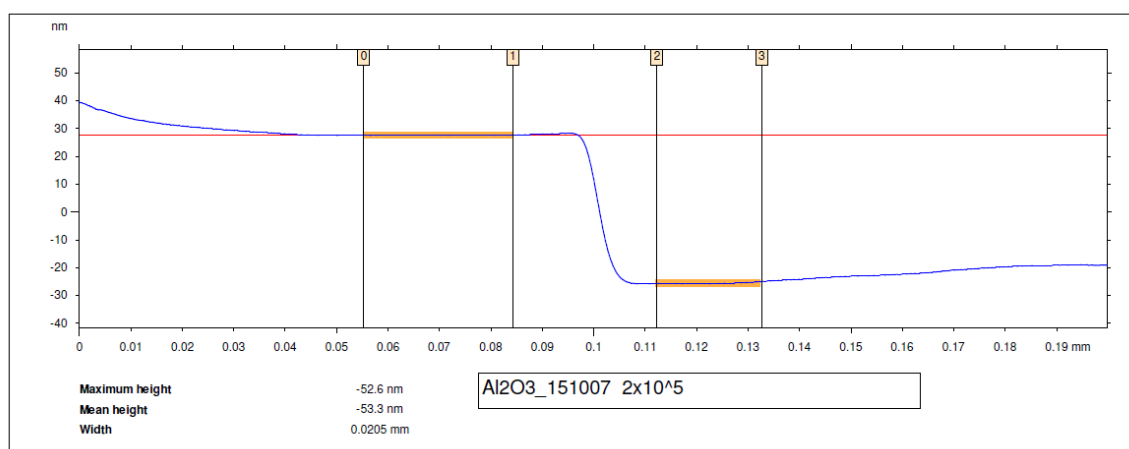
Obr. 3.9. Detail stechiometrické vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ \_151007 po čištění ultrazvukem

Během pozorování jednotlivých vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bylo zjištěno, že pro depozici při napětí na magnetronu  $U_{\text{MAG}} = -255 \text{ V}$  byly v naprášené vrstvě  $\text{Al}_2\text{O}_3$  defekty. Tyto defekty byly díky mikroskopu a pozorovaným interferenčním proužkům vyhodnoceny jako bublinky (viz Obr. 3.10). Velikost bublinek byla přibližně  $15 \mu\text{m}$ .



Obr. 3.10. Detail vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ \_151005 s bublinkami

Vrstvy stechiometrického  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byly dále měřeny pomocí profilometru Talystep. Data získaná z profilometru byla zpracována pomocí počítače. Výsledkem každého měření byl profil povrchu na rozhraní naprášené vrstvy a substrátu (viz Obr. 3.11).



**Obr. 3.11. Profil povrchu vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{151007}$  na křemíku při zesílení 200 000**

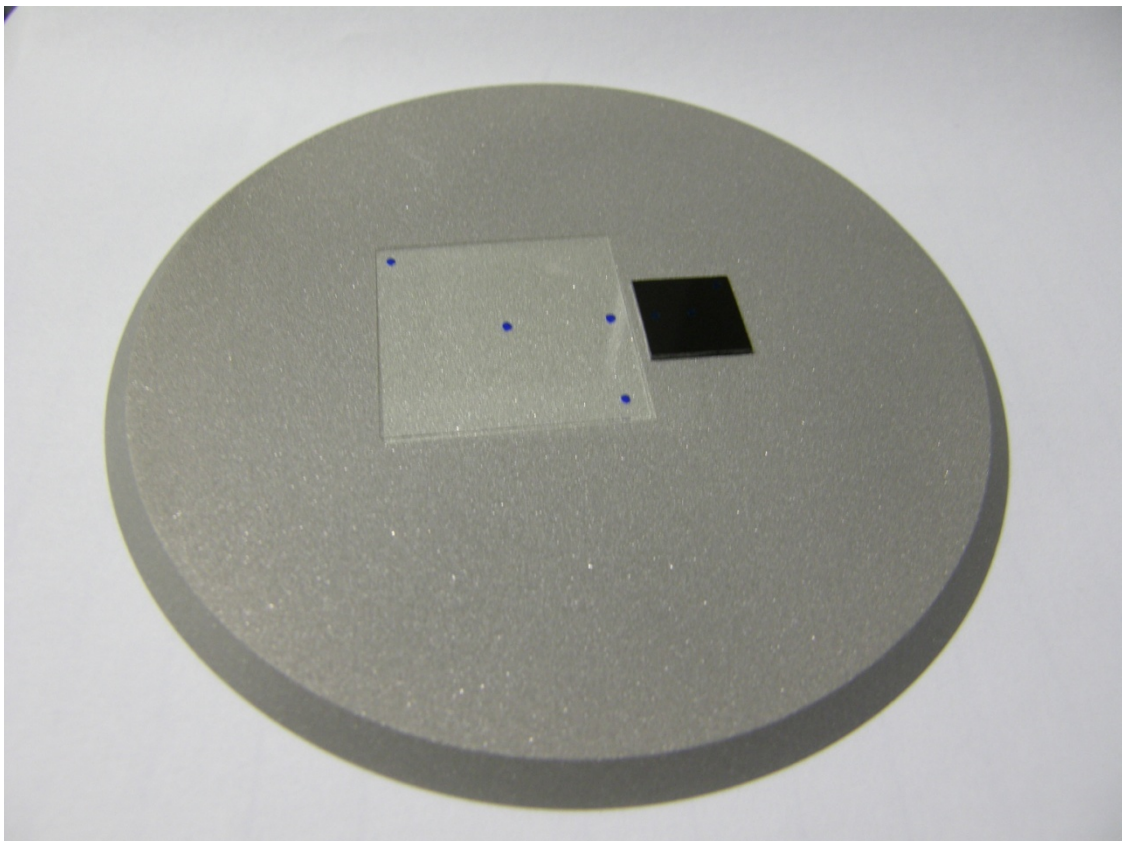
Z naměřeného profilu byla určena tloušťka, respektive velikost naprášené vrstvy,  $d_{\text{Si}} = 53,3$  nm. Měření každé vrstvy bylo provedeno třikrát. Výsledná tloušťka vrstvy byla určena jako průměr z naměřených hodnot.

Měřeny byly jak vzorky křemíkového substrátu, tak vzorky mikroskopických sklíček. Tyto výsledky byly použity k porovnání dalších vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , vytvořených pomocí nového hliníkového terče.

### 3.5. Technologické okno nového terče

Otestováním hystereze procesu naprašování  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nebylo dostatečně přesně určeno technologické okno pro naprašování požadovaných vrstev z nového hliníkového terče. Z hystereze je patrné, že horní mez technologického okna bude dána přeskokem do metalického módu. Dolní hranici bude nutné zjistit. Dále by bylo velmi výhodné provést depozice v celém rozsahu technologického okna pro naprašování stechiometrických vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , aby byla zjištěna depoziční rychlost. Jako substráty byly zvoleny křemíkové vzorky a mikroskopická sklička. Díky tomu bude možné porovnat depoziční rychlosti starého a nového terče.

Pro první testování byly zvoleny 15 minutové depozice, každá z depozic byla provedena při jiném průtoku kyslíku. Tím by měla být zjištěna šíře technologického okna. Depozice byly provedeny pro napětí na magnetronu:  $U_{\text{MAG}} = -255 \text{ V}$ ,  $-265 \text{ V}$ ,  $-275 \text{ V}$ ,  $-285 \text{ V}$ ,  $-294 \text{ V}$ . Různých napětí na magnetronu při jednotlivých depozičních procesech bylo dosaženo rozdílnými průtoky reaktivního plynu. Vrstvy, které byly vytvořeny při depozicích, byly vždy transparentní a jednalo se o vrstvy stechiometrického  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Na obrázku níže (viz Obr. 3.12) je možné vidět naprašovanou vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na křemíkovém substrátu a na skle, umístěné na hliníkové podložce.



Obr. 3.12. Vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3_{151112}$  vytvořená pomocí nového hliníkového terče

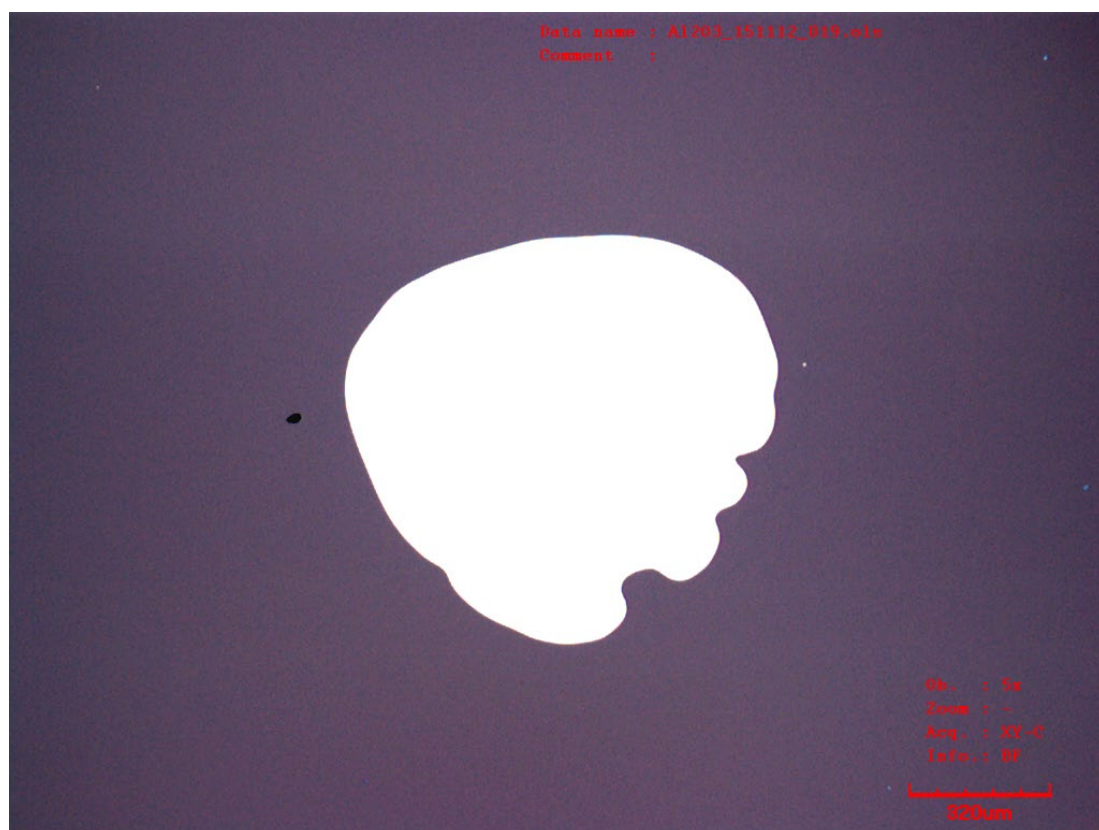
Tyto nadeponované vrstvy stechiometrického  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byly dále podrobeny zkoumání pod mikroskopem, kde byly pozorovány vrstvy před čištěním a po čištění pomocí



ultrazvuku (viz Obr. 3.13 a Obr. 3.14). Čištění bylo prováděno kvůli tomu, aby byla odstraněna nanesená kapka barvy z popisovače. Tyto očištěné vrstvy byly dále měřeny na profilometru.



Obr. 3.13. Stechiometrická vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3$ \_151112 na křemíku

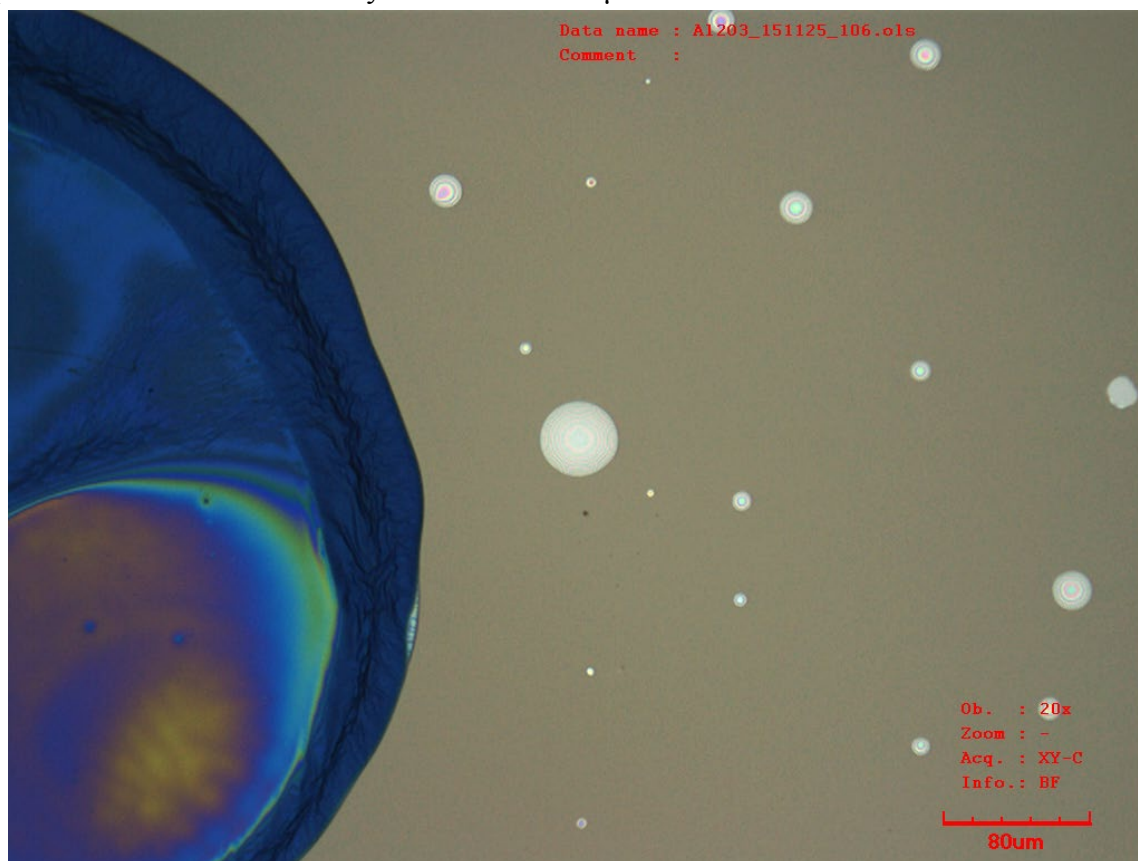


Obr. 3.14. Stechiometrická vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3$ \_151112 na křemíku po čištění ultrazvukem



Tloušťka vrstev byla měřena pomocí profilometru Talystep. Díky tomu by měla být získána relevantní data pro porovnání s vrstvami vytvořenými pomocí starého terče.

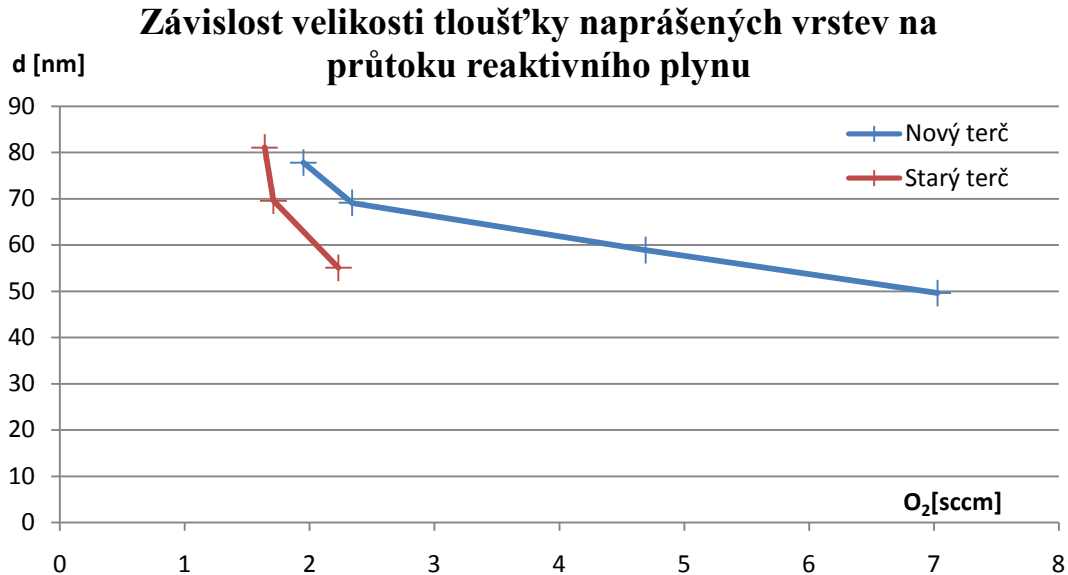
Dolní mez technologického okna byla stanovena pro  $U_{MAG} = -255$  V, průtok kyslíku 9,77 sccm, průtok argonu 10 sccm a parciální tlak  $p = 0,241$  Pa. Vrstva, vytvořená při uvedených parametrech, obsahovala ve svém povrchu bublinky (viz Obr. 3.15). Bublinky se na mikroskopu projevily lomem světla a vytvářením interferenčních proužků. Velikost bublinek byla maximálně 35  $\mu\text{m}$ .



Obr. 3.15. Vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3_{151125}$  s bublinkami

### 3.6. Depoziční rychlosti

Z naměřených výsledků jednotlivých vrstev byl vytvořen graf závislosti velikosti tloušťky naprášených vrstev na průtoku reaktivního plynu (viz Obr. 3.16)



Obr. 3.16. Závislost depoziční rychlosti na průtoku kyslíku

Ze závislosti depoziční rychlosti na průtoku reaktivního plynu je patrné, že se celková depoziční rychlost pro nový terč zvýšila. Kromě vyšší depoziční rychlosti je také patrné, že je možné naprašovat vrstvy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve větším rozmezí pro nastavení průtoku kyslíku. Konkrétně pro starý terč bylo možné naprašovat stechiometrické vrstvy od průtoku 1,64 sccm při U<sub>MAG</sub> = -284 V až po průtok 2,23 sccm při U<sub>MAG</sub> = -265 V. U nového terče je možné naprašovat Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> od průtoku 1,95 sccm při U<sub>MAG</sub> = -294 V až po průtok 7,03 sccm při -265 V (viz Tabulka 1 a Tabulka 2).

Tabulka 1: Depoziční parametry pro starý terč

O <sub>2</sub> [sccm]	U <sub>MAG</sub> [V]	d <sub>Si</sub> [nm]	d <sub>sklo</sub> [nm]
2,66	-255	52,6	46,4
2,23	-265	55,1	52,1
1,71	-275	69,6	64,8
1,64	-285	81,1	76,8

Tabulka 2: Depoziční parametry pro nový terč

O <sub>2</sub> [sccm]	U <sub>MAG</sub> [V]	d <sub>Si</sub> [nm]	d <sub>sklo</sub> [nm]
9,77	-255	40,8	39,1
7,03	-265	49,6	46,9
4,69	-275	58,9	55,4
2,34	-285	69,1	66,4
1,95	-294	77,8	75,5

V tabulkách jsou uvedeny průměrné hodnoty průtoku, při kterých byly jednotlivé vrstvy realizovány, napětí na magnetronu a naměřené tloušťky vrstev na křemíku a skle. Průtok kyslíku nebyl při depozici vždy konstantní. Se snižujícím se napětím bylo nutné dostavovat průtok kyslíku pro udržení konstantního napětí na magnetronu.

Z naměřených výsledků jednotlivých vrstev je dále patrné, že depoziční rychlost na skleněných substrátech je nižší než na substrátech křemíkových. U nového terče jsou rozdíly mezi vrstvami na skle a křemíku nižší.

Díky získaným výsledkům z jednotlivých depozičních procesů je možné dále vypočítat dobu depozic tak, aby mohly být vytvořeny vrstvy o stejné tloušťce. Tyto časy budou pro další testování vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  klíčové. V tabulce níže (viz Tabulka 3) jsou uvedeny přibližné časy depozic pro vytvoření vrstvy 70 nm na křemíkovém a skleněném substrátu.

**Tabulka 3: Depoziční časy vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pro křemíkový a skleněný substrát**

$U_{\text{MAG}}$	d	$t_{\text{Si}}$	$t_{\text{sklo}}$
[V]	[nm]	[min]	[min]
-265	70	21,17	22,39
-275	70	17,83	18,95
-285	70	15,20	15,81
-294	70	13,50	13,91

### 3.7. Depozice testovacích vzorků

Pro depozice testovacích vzorků bylo nutné vybrat vhodné substráty. Jako vhodný podkladový materiál bylo vybráno podložní mikroskopické sklo a křemík. Kromě uvedených vzorků bylo do aparatury vloženo také krycí mikroskopické sklo. Podložní mikroskopické sklo bylo před depozicí rozřezáno na rozměry 25 mm × 25 mm, kvůli optickým měřením. Tyto vzorky jsou vhodné nejen pro následné testování optických vlastností, ale také pro vtiskové a vrypové zkoušky. Po dokončení rozměrových úprav vzorků bylo provedeno čištění vzorků. Následně byly vzorky vloženy do aparatury na hliníkové podložce. Dostatečná tloušťka naprášené vrstvy na substrátu byla vzhledem k měřicím schopnostem přístrojů nejprve stanovena na hodnotu kolem 120 nm. Odhadovaná doba čisté depozice se pro tuto tloušťku pohybovala od 25 minut do 39 minut.

První depozice byla provedena podle otestovaného návrhu. Nejprve došlo k vyčerpání aparatury na tlak kolem 0,2 mPa. Poté bylo možné začít s procesem naprašování. V první části bylo provedeno čištění podložek, umístěných vzorků na stolku aparatury. Pro čištění byl použit generátor Cesar s nastavení kondenzátorů  $C_L = 68\%$  a  $C_T = 13,5\%$  při průtoku 30 sccm argonu. Parciální tlak v komoře aparatury byl kolem  $p = 0,415\text{ Pa} - 0,422\text{ Pa}$ . Napětí na stolku se pohybovalo kolem  $U_{SUB} = -290\text{ V}$ . Čištění probíhalo po dobu čtyř minut. Po dokončení čištění vzorků bylo nutné provést čištění terče.

Čištění terče bylo provedeno pomocí pulzního generátoru Pinnacle Plus s nastavenými parametry: výkon  $P = 300\text{ W}$ , frekvence  $f = 150\text{ kHz}$  a doba vybíjení terče  $1\text{ }\mu\text{s}$ . Do aparatury bylo připouštěno 10 sccm argonu. Parciální tlak uvnitř aparatury byl  $p = 0,145\text{ Pa}$ . Napětí magnetronu bylo rovno  $U_{MAG} = -482\text{ V}$  a proud roven  $I_{MAG} = 0,62\text{ A}$ . Doba čištění terče byla 2 minuty. Ve srovnání s testovanými parametry došlo jen k nepatrným změnám.

Po dokončení čištění terče bylo do aparatury připouštěno 12,5 sccm reaktivního kyslíku. Tato hodnota podle ověřeného testu zaručeně způsobí otrávení terče. Následně bylo možné provést snížení průtoku kyslíku až na hodnotu kolem 3,9 sccm. Při této hodnotě dosáhlo napětí na magnetronu hodnoty  $U_{MAG} = -279\text{ V}$ . Při dalším snížení průtoku došlo ke skoku kovového módu, což by bylo nežádoucí. Nastavením napětí na hodnotu blízkou ke skoku je možné eliminovat případné problémy s bublinkami, které se na vzorcích vyskytly při vyšších průtocích kyslíku. Po dokončení nastavení a ustálení podmínek v komoře bylo možné provést otevření clony.

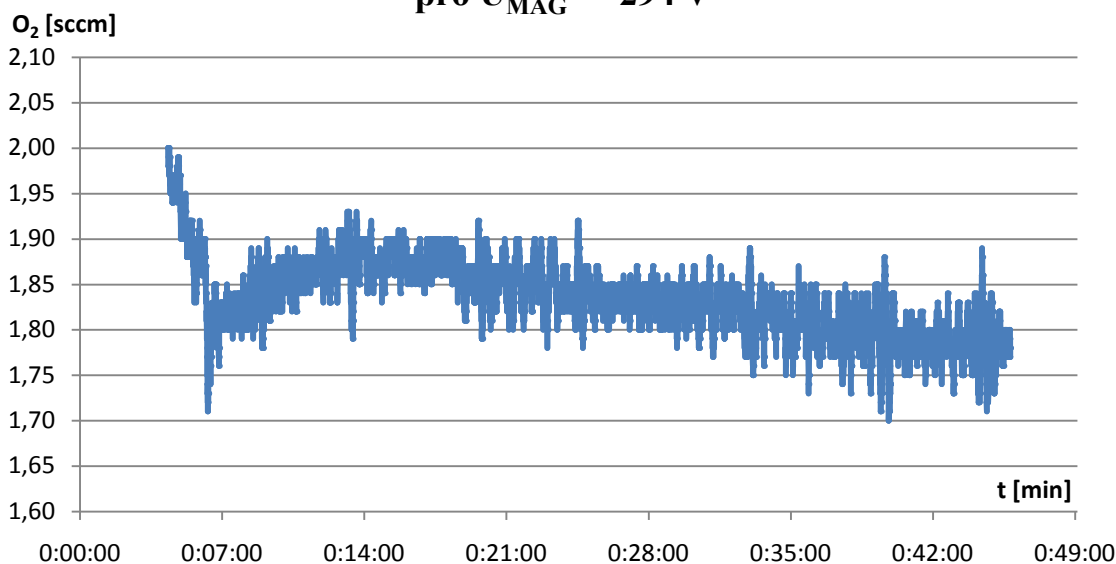
Po otevření clony začalo probíhat naprašování vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na vzorek podložního a krycího mikroskopického skla a křemíku. Pro část naprašování byl použit pulzní generátor Pinnacle Plus, na kterém byl nastaven výkon  $P = 300\text{ W}$ , frekvence  $f = 150\text{ kHz}$  a doba vybíjení terče  $1\text{ }\mu\text{s}$ . Průtok kyslíku byl snížen na hodnotu kolem 2 sccm. Napětí na magnetronu dosáhlo hodnoty kolem  $U_{MAG} = -292\text{ V}$ . Parciální tlak uvnitř komory se v průběhu depozice pohyboval kolem  $p = 0,169\text{ Pa}$ . Hodnota napětí a průtoku kyslíku ovšem nebyl v průběhu celé depozice konstantní. Proces byl totiž řízen programem pro automatické dostavování hodnoty průtoku kyslíku v závislosti na napětí na magnetronu. Cílem bylo stabilizovat nastavenou hodnotu napětí, při kterém depozice

probíhá. Stabilizaci napětí bylo nutné udržovat z důvodu blízkého přechodu do kovového módu (kolem 300 V – 305 V). Doba naprašování trvala přibližně 25 minut.

Po vytvoření prvního vzorku vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a jejím zkušebním měření pomocí spektrofotometru se ukázalo, že tloušťku vrstvy bude nutné téměř zdvojnásobit na hodnotu kolem 230 nm. Podle získaných depozičních rychlostí bylo možné provést nový odhad doby naprašování. Ta byla stanovena pro depozice od 45 minut do 74 minut pro napětí na magnetronu od -294 V po -265 V.

V další depozici (s označením  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$ ) bylo cílem vytvořit vrstvu o tloušťce 230 nm při napětí na magnetronu  $U_{\text{MAG}} = -294$  V. V průběhu depozice byly nastaveny totožné parametry pro čištění vzorků, terče i samotné naprašování. Průběh doby naprašování byl nastaven místo původních 25 minut na dobu 45 minut. V průběhu naprašování bylo možné pozorovat nepatrné změny průtoku kyslíku (viz Obr. 3.17).

### Časová závislost průtoku kyslíku v průběhu depozice pro $U_{\text{MAG}} = -294$ V

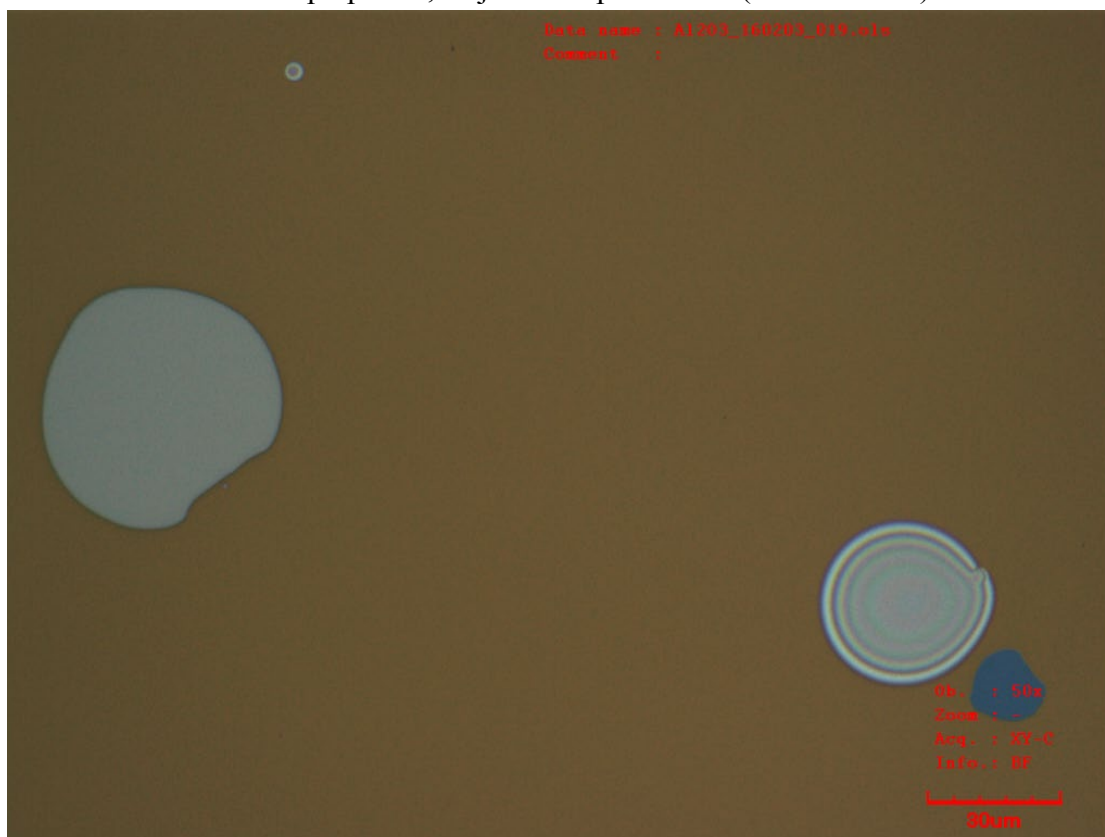


Obr. 3.17. Časová závislost průtoku kyslíku v průběhu depozice pro  $U_{\text{MAG}} = -294$  V

Z časové závislosti průtoku kyslíku v průběhu naprašování je možné pozorovat nejprve náběh průtoku směrem k očekávané hodnotě 1,9 sccm. Dále lze pozorovat mírné zvýšení a následné postupné snižování průtoku. Začátek stabilizované depozice probíhal při 1,85 sccm kyslíku. V depozičním čase kolem 15 minut docházelo k nepatrnému zvyšování průtoku na 1,9 sccm. Na konci depozičního procesu bylo pro udržení napětí  $U_{\text{MAG}} = -294$  V potřeba připouštět do komory přibližně 1,8 sccm kyslíku. Rozdíl mezi maximální a minimální hodnotou během naprašování byl přibližně 0,1 sccm. Rozdílný průtok kyslíku během depozice měl za následek mírnou změnu depoziční rychlosti. Výsledná vrstva měla tloušťku 233 nm. Depoziční rychlost pro první testovací vzorek tedy činila 5,18 nm/min.

Pro další depozici ( $\text{Al}_2\text{O}_3_{160203}$ ) bylo zvoleno naprašování při nejnižší možné hodnotě napětí  $U_{\text{MAG}} = -265$  V. Cílová tloušťka vrstvy byla opět 230 nm. Parametry během procesu čištění vzorků na stolku a terče byly stejné až na minimální rozdíly v parciálním tlaku:  $\pm 0,003$  Pa. Po otevření clony bylo nutné průtok kyslíku nejprve snížit z hodnoty

3,9 sccm na hodnotu 3,67 sccm. Při této hodnotě průtoku bylo  $U_{MAG} = -265$  V. V průběhu procesu bylo nutné pro udržení konstantní hodnoty napětí na magnetronu zvýšit hodnotu průtoku kyslíku až na 8,28 sccm. Od této hodnoty dále docházelo k pozvolnému poklesu průtoku kyslíku na hodnotu 6,72 sccm. Rozdíl mezi maximální a hodnotou byl více než dvojnásobný (4,61 sccm). Parciální tlak v komoře aparatury se během procesu pohyboval od 0,192 Pa do 0,255 Pa. Po dokončení naprašování bylo při pozorování na konfokálním mikroskopu patrné, že je vrstva poškozená (viz Obr. 3.18).



Obr. 3.18. Defekty pozorované na vrstvě  $Al_2O_3_{160203}$

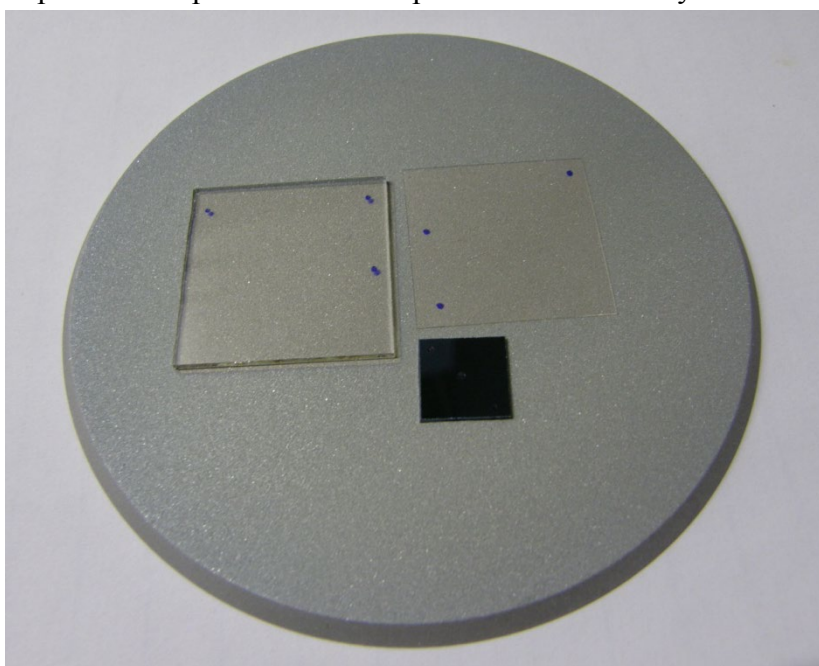
Ze snímku pořízeného na konfokálním mikroskopu je patrné, že na křemíku došlo v průběhu depozice k loupání vrstvy (defekt vlevo). Tyto defekty se vyskytovaly téměř po celém povrchu vzorku a nejspíše byly způsobeny příliš velkými množstvími kyslíku v průběhu depozice (až 8,28 sccm). Velké množství kyslíku s největší pravděpodobností vytvořilo ve vrstvě lokální defekt, bublinu, díky které se část naprášené vrstvy v průběhu depozice uvolnila a dopadla na povrch substrátu (modrá oblast vedle bubliny). V pravé části snímku je možné pozorovat bublinku o průměru kolem 30  $\mu m$ , kterou lze rozeznat podle přítomných interferenčních proužků. Vedle bublinky je dále odloupená část vrstvy.

Kromě pozorování křemíkového vzorku byly pozorovány také vzorky přiložených mikroskopických skel. Během pozorování nebylo odhaleno tak závažné poškození vrstvy. Pouze na krycím mikroskopickém skle bylo možné pozorovat defekt, kde došlo k odloupení vrstvy. Vzhledem k tvaru bylo zřejmé, že na povrchu vzorku byla před začátkem depozice nečistota, která v průběhu depozice odpadla spolu s nanesenou vrstvou. Kromě tohoto poškození vlivem nečistoty nebyl na povrchu krycího mikroskopického skla jiný defekt. Díky pozorování na konfokálním mikroskopu bylo zjištěno poškození vrstvy na křemíku. Vzhledem k tomu nebylo možné vrstvy vytvořené

při  $U_{MAG} = -265$  V zahrnout do zkoušených vzorků. U této poškozené vrstvy by nebylo možné provést relevantní měření propustnosti, tvrdosti, modulu pružnosti a adheze.

Pro následující depozici ( $Al_2O_3_{160208}$ ) bylo cílem vytvořit vrstvu 230 nm při napětí  $U_{MAG} = -275$  V. Odhadovaná doba samotného naprašování byla stanovena na 58 minut. Depoziční kroky byly provedeny podle již několikrát otestovaného postupu. Parametry se v průběhu čištění vzorků a terče pohybovaly v obvyklých hodnotách. Pro část naprašování bylo nastaveno napětí  $U_{MAG} = -275$  V. Během 58 minut samotného naprašování bylo opět nutné dostavovat průtok kyslíku nejprve z 3,9 scm na 2,58 scm. Poté pro udržení stabilního napětí na magnetronu bylo potřeba zvýšit průtok kyslíku na 5,39 scm. Následně byl průtok postupně snížen na 3,83 scm.

Výsledkem depozice byla vrstva  $Al_2O_3$  (viz Obr. 3.19), která byla zkoumána na konfokálním mikroskopu. Zde během pozorování nebyly odhaleny žádné defekty ve vytvořené tenké vrstvě. Po dokončení čištění pomocí ultrazvuku bylo možné provést měření tloušťky pomocí profilometru. Výsledná tloušťka vrstvy se pohybovala kolem 200 nm. Z této hodnoty byla následně určena depoziční rychlost 3,45 nm/min (původní hodnota pro 70 nm vrstvu byla 3,93 nm/min). Díky zjištění tloušťky vrstvy bylo možné určit, že průtok kyslíku měl zcela zásadní vliv na depoziční rychlost v průběhu procesu, což se u vrstvy o tloušťce 70 nm neprojevovalo. Bylo tedy nutné podle těchto dat upravit délku naprašování a provést novou depozici na čisté vzorky.



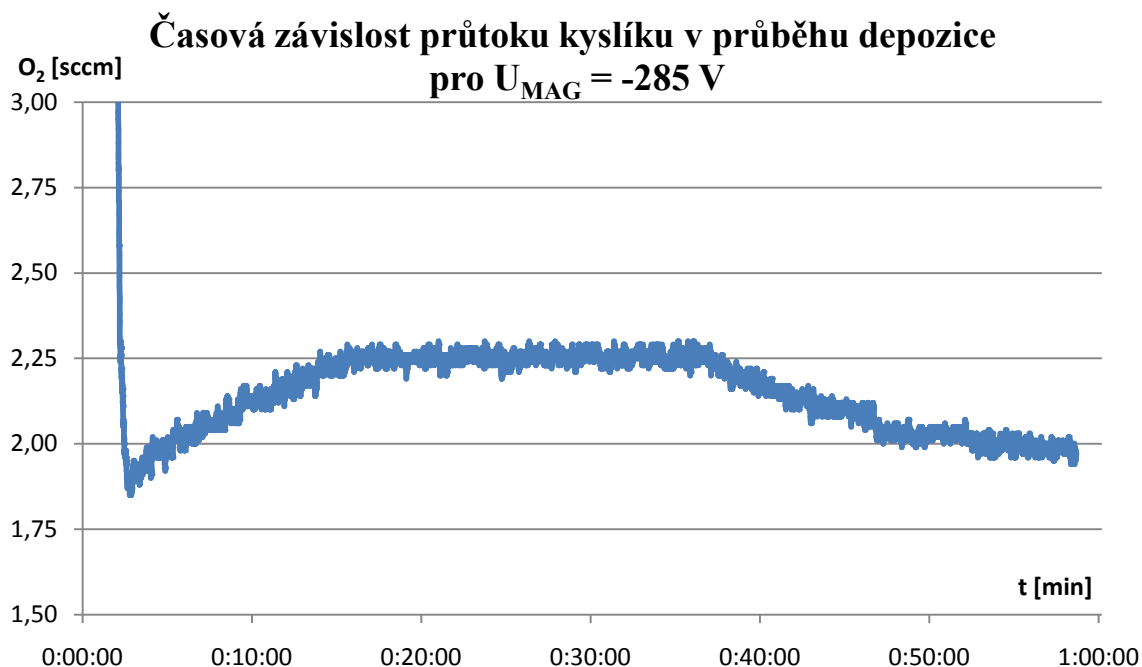
**Obr. 3.19. Substráty s vytvořenou vrstvou  $Al_2O_3_{160208}$**

Další pokus o vytvoření vzorků ( $Al_2O_3_{160210}$ ) byl proveden pro  $U_{MAG} = -285$  V. Vzhledem k okolnostem, které byly zjištěny předchozí depozicí pro  $U_{MAG} = -275$  V, byla provedena zkušební depozice. Tento krok byl zvolen kvůli očekávanému výkyvu průtoku v průběhu naprašování. Doba naprašování byla podle původního odhadu 52 minut, očekávaná tloušťka vrstvy byla kolem 230 nm. V průběhu čištění vzorků a terče se nevyskytly žádné výraznější změny. Došlo pouze ke snížení napětí na magnetronu během čištění podložek  $U_{SUB} = -290$  V. V průběhu čištění terče pokleslo napětí na magnetronu na hodnotu  $U_{MAG} = -481$  V a parciální tlak byl  $p = 0,143$  Pa. V průběhu



samotného naprašování vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se projevila změna průtoku v závislosti na čase. Nejprve byl průtok snížen z 3,9 sccm při otevření clony na 2 sccm. Poté byl průtok kvůli stabilizaci napětí zvyšován na 2,25 sccm. Zhruba v polovině depozičního procesu bylo nutné začít průtok postupně snižovat k hodnotě kolem 2,1 sccm. Rozdíl průtoku kyslíku během naprašování tedy pro  $U_{\text{MAG}} = -285 \text{ V}$  nebyl příliš výrazný. Naměřená tloušťka vytvořené vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  činila 208 nm. Depoziční rychlost tedy byla kolem 4 nm/min. Po dokončení depozičního testu bylo možné znovu upravit dobu samotné depozice pro  $U_{\text{MAG}} = -285 \text{ V}$  na 58 minut a pro  $U_{\text{MAG}} = -275 \text{ V}$  na 66 minut. Podle aktualizovaných údajů by vzorky po depozici měly mít tloušťku požadovaných 230 nm.

Depozice pro vytvoření druhého testovacího vzorku ( $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ ) byla provedena podle předchozího testu. Pro  $U_{\text{MAG}} = -285 \text{ V}$  byla nastavena doba samotného naprašování na 58 minut. V průběhu čištění terče a podložek došlo opět jen k minimálním změnám napětí a parciálního tlaku. Během naprašování vrstvy bylo možné pomocí ovládacího programu opět sledovat změny průtoku kyslíku (viz Obr. 3.20).

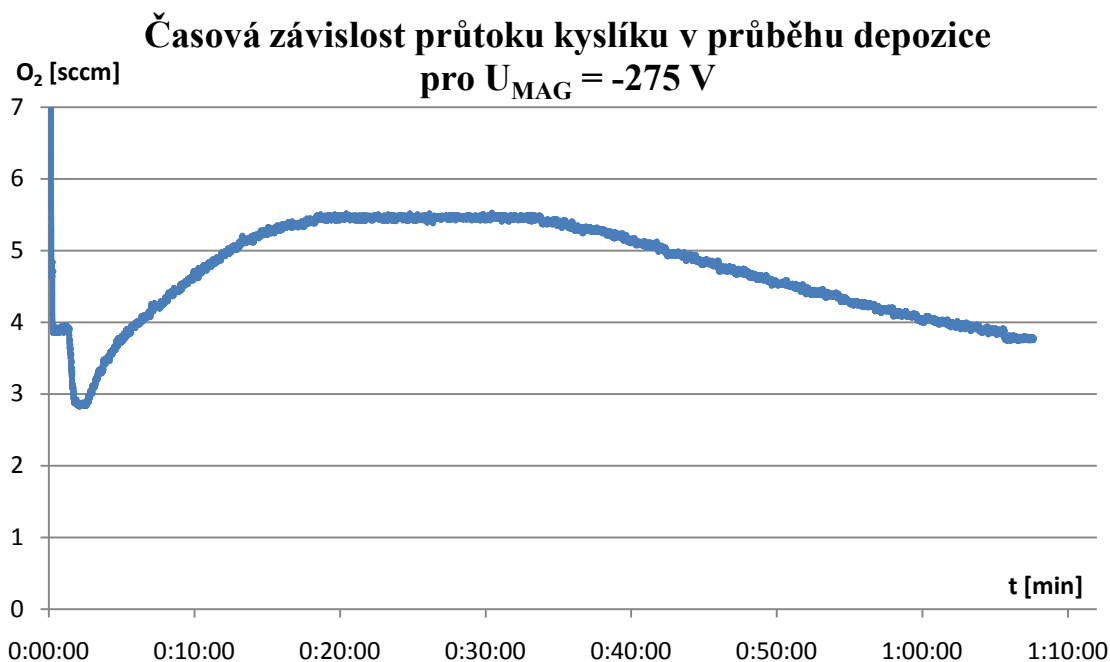


Obr. 3.20. Časová závislost průtoku kyslíku v průběhu depozice pro  $U_{\text{MAG}} = -285 \text{ V}$

Jakmile došlo k první stabilizaci požadované hodnoty napětí na magnetronu, průtok byl 1,9 sccm. Dále bylo nutné průtok zvyšovat až na 2,25 sccm do doby 20 minut od zapálení doutnavého výboje. Tato hodnota průtoku byla konstantní až do 38 minuty naprašování. V tuto dobu musel být průtok pozvolna snižován, jinak by nebylo možné stabilizovat napětí na magnetronu. Na konci depozice byl průtok kyslíku těsně pod hranicí 2 sccm. Tyto změny, ke kterým došlo v průběhu depozice, bylo možné také pozorovat pomocí Baratronu. Parciální tlak uvnitř komory se měnil v závislosti na průtoku od hodnoty 0,169 Pa směrem k 0,180 Pa při pozvolném snižování na 0,178 Pa. V průběhu depozice se podařilo stabilizovat napětí na magnetronu pro celou délku naprašování s přesností na  $\pm 2 \text{ V}$ . Tloušťka vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  po provedení měření pomocí profilometru měla 235 nm, což odpovídá požadavkům pro další testy. Po dokončení této depozice stačilo vytvořit poslední testovací vrstvu pro napětí  $U_{\text{MAG}} = -275 \text{ V}$ .



Pro vytvoření posledního vzorku ( $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$ ) byly nastaveny parametry  $U_{\text{MAG}} = -275 \text{ V}$  po dobu 66 minut. Pro čištění podložek a terče byl zvolen stejný postup jako v předchozích případech. Během čištění podložek došlo ke snížení napětí na stolku na hodnotu  $U_{\text{SUB}} = -287 \text{ V}$  bez viditelné změny parciálního tlaku uvnitř komory. Při čištění terče došlo také k dalšímu poklesu napětí na  $U_{\text{MAG}} = -480 \text{ V}$  a zvýšení parciálního tlaku na  $p = 0,146 \text{ Pa}$ . Časovou závislost průtoku kyslíku v průběhu depozice je na obrázku níže (viz Obr. 3.21).



Obr. 3.21. Časová závislost průtoku kyslíku v průběhu depozice pro  $U_{\text{MAG}} = -275 \text{ V}$

Z časové závislosti průtoku kyslíku v průběhu depozice je patrné, že došlo opět k vyššímu výkyvu než v předchozím případě. Průtok pro první stabilizaci napětí  $U_{\text{MAG}} = -275 \text{ V}$  na magnetronu byl těsně pod 3 sccm. Dále bylo nutné zvyšovat průtok kyslíku na 5,6 sccm v průběhu 20 minut času samotného naprašování. Poté došlo k ustálení zhruba do doby kolem 35. minuty. Průtok bylo dále nutné snižovat až na 3,8 sccm do konce času samotné depozice (66. minuta). Dostavování průtoku během depozice se projevilo na parciálním tlaku uvnitř komory nejprve zvýšením z 0,179 Pa na 0,220 Pa a pozvolným snížením na 0,208 Pa. V průběhu depozice se podařilo velmi dobře stabilizovat napětí na magnetronu a to i přesto, že došlo k poměrně významné změně průtoku reaktivního kyslíku. Po dokončení depozice byly vytvořené vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pozorovány na konfokálním mikroskopu. Dále bylo provedeno měření tloušťky pomocí profilometru. Výsledná tloušťka vrstvy byla 227 nm, což by mělo být pro účely dalšího testování dostačující.

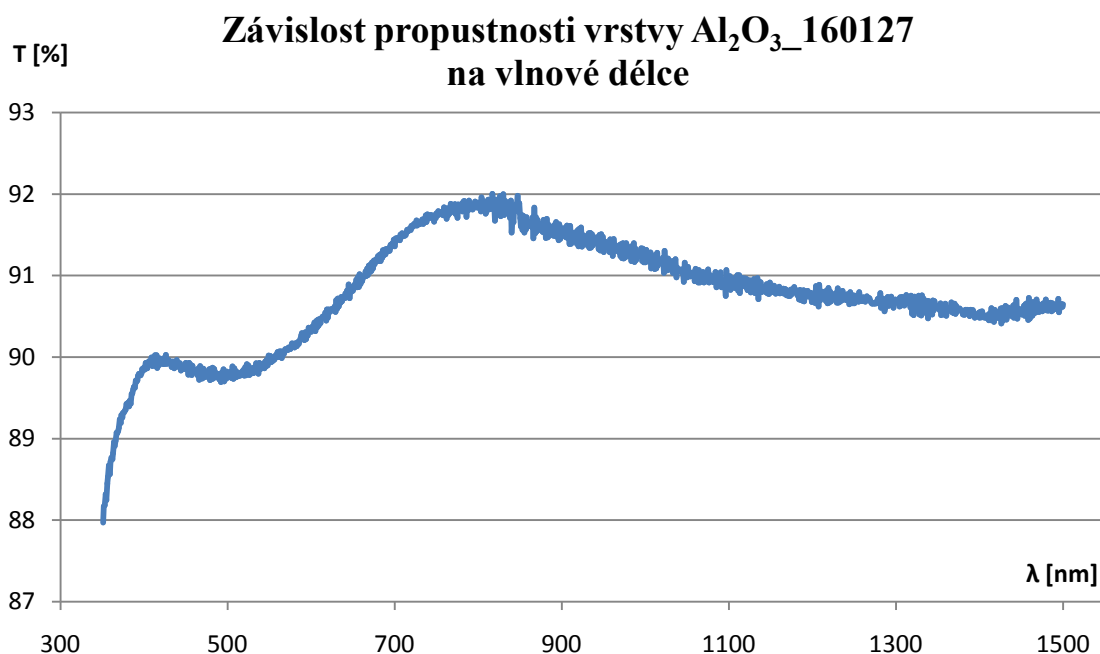
Díky tomu, že byly vytvořeny tři vzorky na křemíkovém a skleněném substrátu při různých hodnotách průtoku, bude zajímavé sledovat rozdíly v parametrech jako je tvrdost nebo modul pružnosti. Očekávána je nižší tvrdost vrstev vytvořených při vyšším průtoku kyslíku (nepatrně se změní poměr Al a  $\text{O}_2$  ve vytvořené vrstvě).

## 4. Výsledky testování vrstev $\text{Al}_2\text{O}_3$

V této části jsou postupně popsány výsledky jednotlivých testů, které byly provedeny na vytvořených testovacích vzorcích. Jednalo se především o měření optické propustnosti, které bylo provedeno na podložním mikroskopickém skle s vytvořenou vrstvou. Dalším měřením byla vtisková zkouška, ze které byl zjištěn modul pružnosti a tvrdost vytvořených vrstev na skle i křemíku. Posledním měřením byla vrypová zkouška, díky které byla zjištěna adheze vytvořené vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

### 4.1. Optické vlastnosti

Tři vytvořené vzorky vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na podložním mikroskopickém skle byly podrobeny testu propustnosti pro viditelné a infračervené spektrum. K tomuto měření byl použit spektrofotometr Varian Cary 5E UV-VIS-NIS. Výsledky zpracovaného měření vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  je možné vidět níže (viz Obr. 4.1). Původní naměřená maximální hodnota byla 91,4 %. Získaná závislost propustnosti na vlnové délce byla upravena podle maxima propustnosti skla, která je 92 %. O tento rozdíl (0,6 %), který byl způsoben s největší pravděpodobností rozptylem nebo absorpcí, bylo nutné provést přepočítání dat. V opačném případě by nebylo možné provést odpovídající vyhodnocení propustnosti a případně zjistit index lomu a jeho závislost na vlnové délce. Měření bylo provedeno v rozsahu vlnových délek 350 nm – 1500 nm.

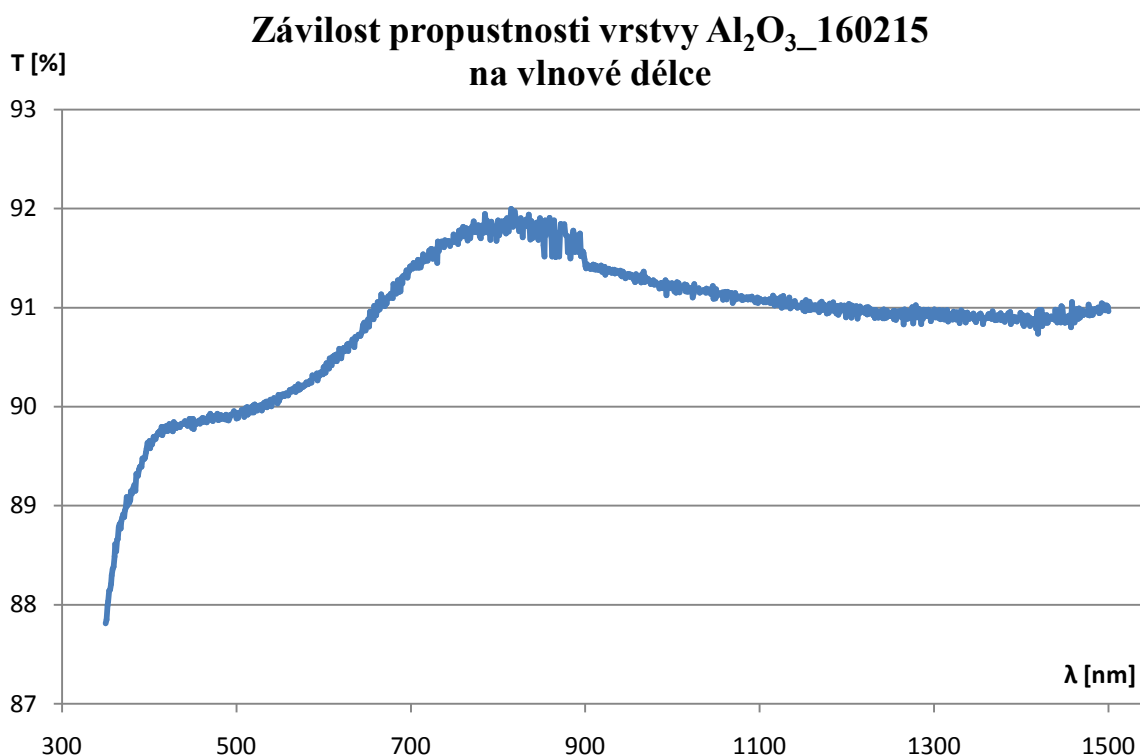


Obr. 4.1. Závislost propustnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  na vlnové délce

Z výsledku měření propustnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  je patrné, že v infračervené oblasti se propustnost snižuje z 92 % na 90,5 %. Na hranici mezi viditelným a infračerveným spektrem kolem vlnové délky 750 nm – 800 nm se nachází maximum

měřeného průběhu propustnosti, které činí 92 %. Ve viditelné oblasti je patrné snížení propustnosti na hodnotu těsně pod hranici 90 %. Další útlum vyskytující se kolem  $\lambda = 350$  nm je způsoben přechodem do oblasti hluboké absorpce. Z naměřeného průběhu propustnosti je možné podle polohy maxima a minima určit přibližnou tloušťku vrstvy. Podle výpočetního programu by měla být tloušťka vrstvy mezi 240 nm a 250 nm. Skutečná tloušťka naměřená pomocí profilometru byla ovšem 233 nm. Tento rozdíl mohl být způsoben velmi malou tloušťkou vrstvy v kombinaci s výrobním procesem.

Na dalším obrázku (viz Obr. 4.2) je možné pozorovat závislost propustnosti na vlnové délce pro vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ . Po dokončení měření bylo zjištěno, že došlo k vytvoření nespojitosti v oblasti kolem  $\lambda = 850$  nm. Tato nespojitost byla způsobena nutným přepnutím zdroje a detektoru, což způsobilo kromě nespojitosti také velký rozkmit. Tyto problémy byly odstraněny proložením křivky. Měření této vrstvy bylo provedeno v módu s polarizátory, kde bylo možné více eliminovat vliv přepnutí zdroje a detektoru. Získaná data bylo nutné přepočíst k maximální hodnotě propustnosti skla na 92 % z původních 91,5 %. Měření propustnosti bylo provedeno v rozsahu  $\lambda \sim 350$  nm - 1500 nm.



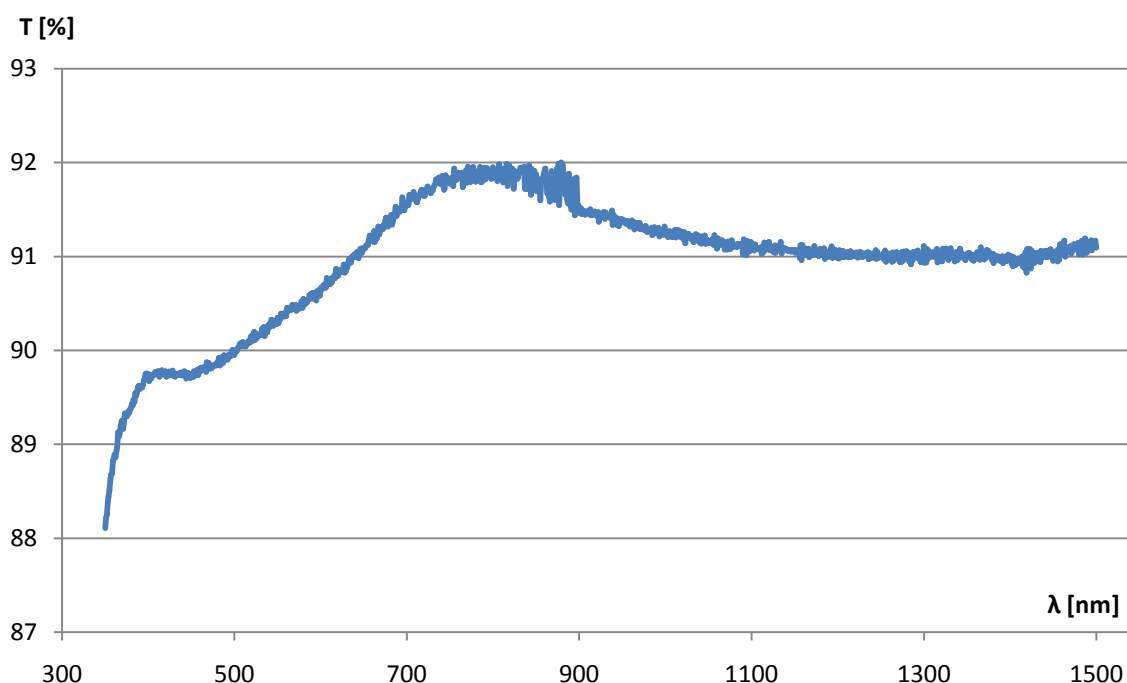
Obr. 4.2. Závislost propustnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  na vlnové délce

Z naměřené závislosti propustnosti na vlnové délce je patrné, že má křivka podle očekávání podobný charakter jako v případě měření první vrstvy. V infračervené oblasti dochází k postupnému poklesu z 92 % na hodnotu pod 91 %. Hodnota propustnosti v oblasti nad  $\lambda = 1000$  nm je vyšší proti výsledkům prvního vzorku, což mohlo být způsobeno rozdílným průtokem kyslíku v průběhu depozice. Kromě poklesu je viditelný rozkmit naměřených hodnot v oblasti kolem 850 nm. Ten byl způsoben již zmíněným přepnutím zdrojem záření a detektoru. Ve viditelné oblasti dochází k postupnému poklesu propustnosti od maxima 92 % na hodnotu pod hranici 90 %, které by se dalo určit

jako minimum. V oblasti pod 350 nm dochází k hluboké absorpci. Tloušťka vrstvy zjištěná při měření by opět odpovídala 240 nm – 250 nm, přičemž tloušťka vrstvy je 235 nm. Příčina této odchylky mohla způsobena velmi malou tloušťkou vrstvy v kombinaci s výrobní technologií.

Výsledek zpracovaného měření vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  je možné vidět na obrázku níže (viz Obr. 4.3). Měření tohoto vzorku bylo provedeno nejprve bez pomocných polarizátorů. Po dokončení měření byla bohužel zjištěna nespojitost při přepínání zdroje a detektoru. Tento problém bylo možné částečně eliminovat použitím polarizátorů. Výsledek měření bylo nutné přepočíst k hodnotě propustnosti skla z původních 91,5 % na 92 %. Měření bylo provedeno v rozsahu vlnové délky 350 nm – 1500 nm.

### Závislost propustnosti vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$ na vlnové délce



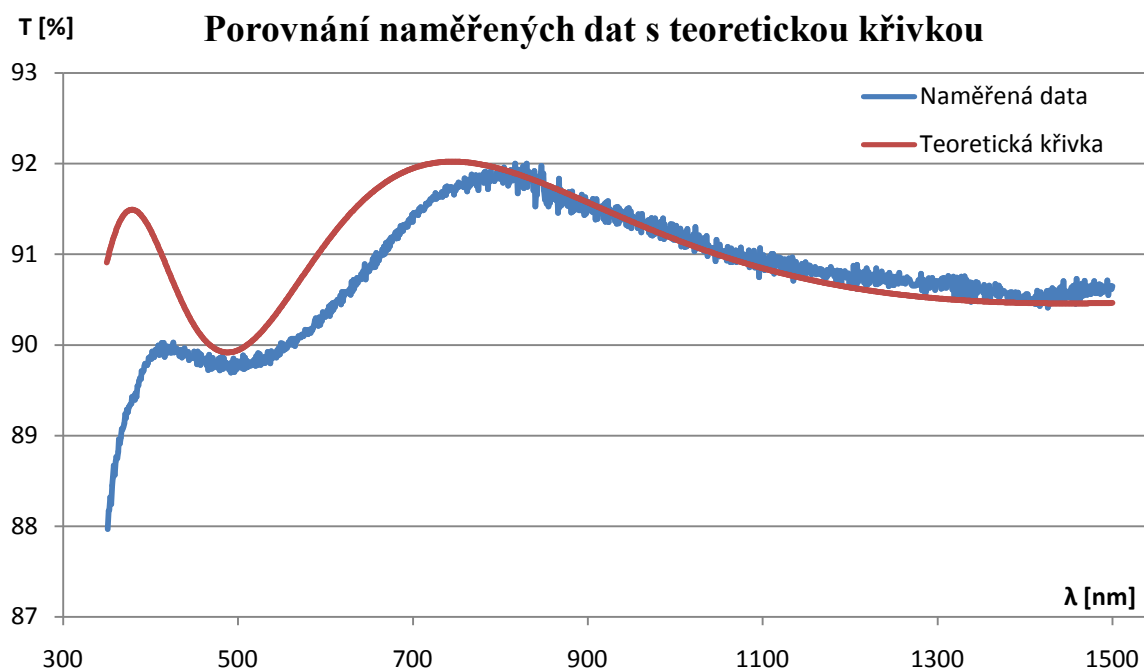
Obr. 4.3. Závislost propustnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  na vlnové délce

Z výsledku měření po přepočtu je patrné, že maximum se nachází v oblasti kolem  $\lambda = 800$  nm. Minimum leží v oblasti kolem  $\lambda = 450$  nm a téměř navazuje na oblast hluboké absorpce. V oblasti viditelného spektra je viditelný pokles z maximální hodnoty 92 % při  $\lambda = 800$  nm na 89,7 % při  $\lambda = 450$  nm. Na rozhraní mezi viditelným a infračerveným spektrem je viditelný vyšší rozkmit způsobený přepnutím zdroje záření a detektoru. Rozkmit se projevil i přesto, že byly použity polarizátory. V infračervené oblasti mimo rozkmit dochází k pozvolnému poklesu propustnosti směrem k 91 %, což je opět více než v předchozím případě.

Z naměřených výsledků jsou zřejmé některé změny měřené propustnosti v závislosti na průtoku kyslíku při vytváření vrstvy. První změna se nachází v oblasti infračerveného spektra, kde s přibývajícím průtokem kyslíku (obsahem kyslíku ve vrstvě) dochází ke zvyšování propustnosti signálu. Kromě této postupné změny v oblasti infračervené

oblasti dochází také ke snižování hodnoty druhého maxima před oblastí hluboké absorpce. Tato změna se výrazněji projevuje s přibývajícím obsahem kyslíku ve vrstvě  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Pro vrstvu s nejvyšším průtokem kyslíku druhé maximum téměř zaniká. Mimo měření propustnosti bylo zvažováno také měření absorpce vrstvy. Vzhledem k výsledkům propustnosti a transparentním vlastnostem vrstvy nebylo měření absorpce provedeno. Důvodem bylo neúměrné zvýšení složitosti měření a vyhodnocení. Vzhledem k tomu, že propustnost je nad hranicí 90 %, bude absorpce vrstvy velmi nízká.

Získaná data byla dále zpracována nad rámec zadání za účelem zjištění indexu lomu vrstvy. K tomuto účelu byl použit program Filmstar. Pomocí tohoto programu měly být zjištěny koeficienty disperzní rovnice, ze kterých by mělo být možné sestavit závislost indexu lomu na vlnové délce. Po vložení průběhu propustnosti a základním nastavení programu byl zjištěn zásadní problém. Tímto problémem byl velký rozkmit šumu měřeného průběhu. Během vyhodnocování vrstvy v programu Filmstar byla opakovaně nesprávně určena hodnota maxima a minima. To mělo za následek nesmyslné výsledky indexu lomu vrstvy. Nakonec byla zvolena jiná metoda pro vyhodnocení indexu lomu. Ta byla realizována pomocí programu TFCalc vytvořením teoretické křivky. Křivka byla vytvořena pomocí interpolace již optimalizované závislosti tenké vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (vytvořené pomocí vakuového napařování) na vlnové délce. Teoretická křivka byla nastavena tak, aby co nejlépe pokryla naměřená data propustnosti vrstvy při stejné tloušťce vrstvy (viz Obr. 4.4).



Obr. 4.4. Porovnání naměřených dat propustnosti s teoretickou křivkou

Ze závislosti propustnosti na vlnové délce pro naměřená data a teoretickou křivku je viditelný posun ve viditelném spektru. Tento posun mohl být způsoben typem procesu, při kterém byla vrstva vytvořena. Teoretická data byla totiž vytvořena a optimalizována pro tenké vrstvy vytvořené pomocí vakuového napařování. I přesto, že byla vrstva vytvořena jinou technologií, je chyba mezi teoretickou a naměřenou křivkou velmi malá, pohybuje se kolem 1 %. Naměřená data jsou tedy v dobrém souladu s teoretickou křivkou.

Pro vytvoření závislosti indexu lomu na vlnové délce byla použita Cauchyho disperzní rovnice (viz vztah (4.1)), kde byly použity dva koeficienty:

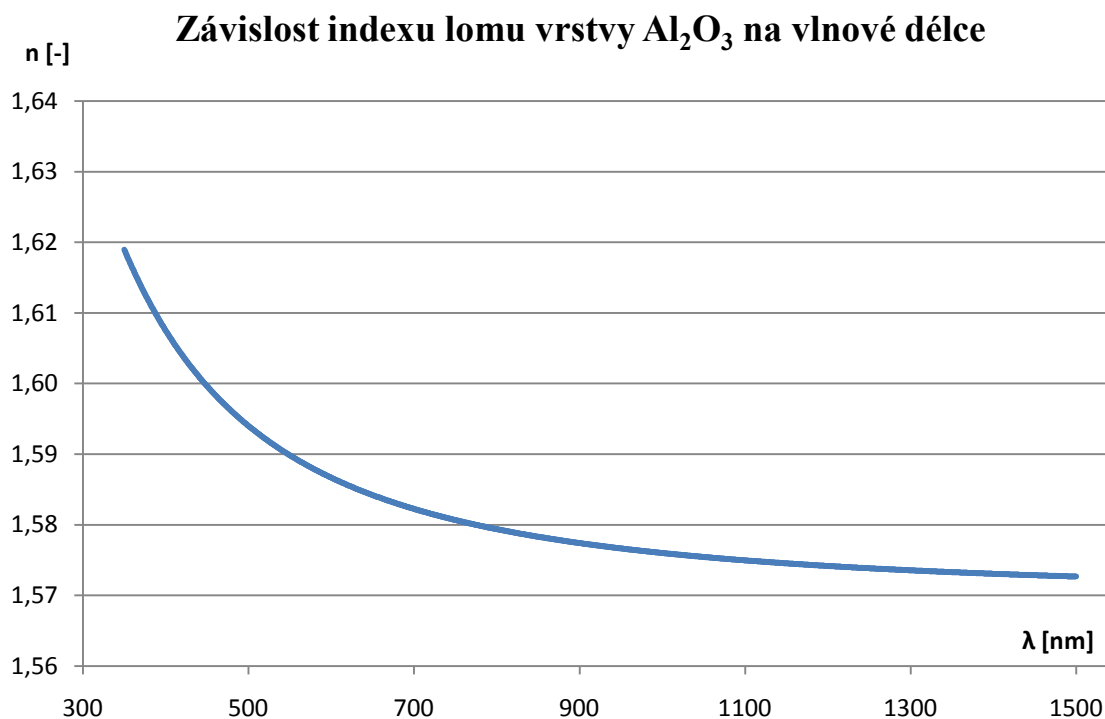
$$n(\lambda) = A_0 + \frac{A_1}{\lambda^2}, \quad (4.1)$$

kde  $n(\lambda)$  je index lomu;  $A_0$ ,  $A_1$  jsou koeficienty kvadratické Cauchyho disperzní rovnice;  $\lambda$  je vlnová délka v nm. [37]

Pomocí teoretické křivky byl vytvořen hrubý odhad pro uvedenou kvadratickou závislost. Výsledná rovnice (4.2) se získanými koeficienty disperzní rovnice pomocí programu TFCalc byla:

$$n(\lambda) = 1,57 + \frac{6000}{\lambda^2} \quad (4.2)$$

Dosazením vlnové délky do této rovnice lze získat závislost indexu lomu tenké vrstvy pro viditelné a infračervené spektrum (viz Obr. 4.5).



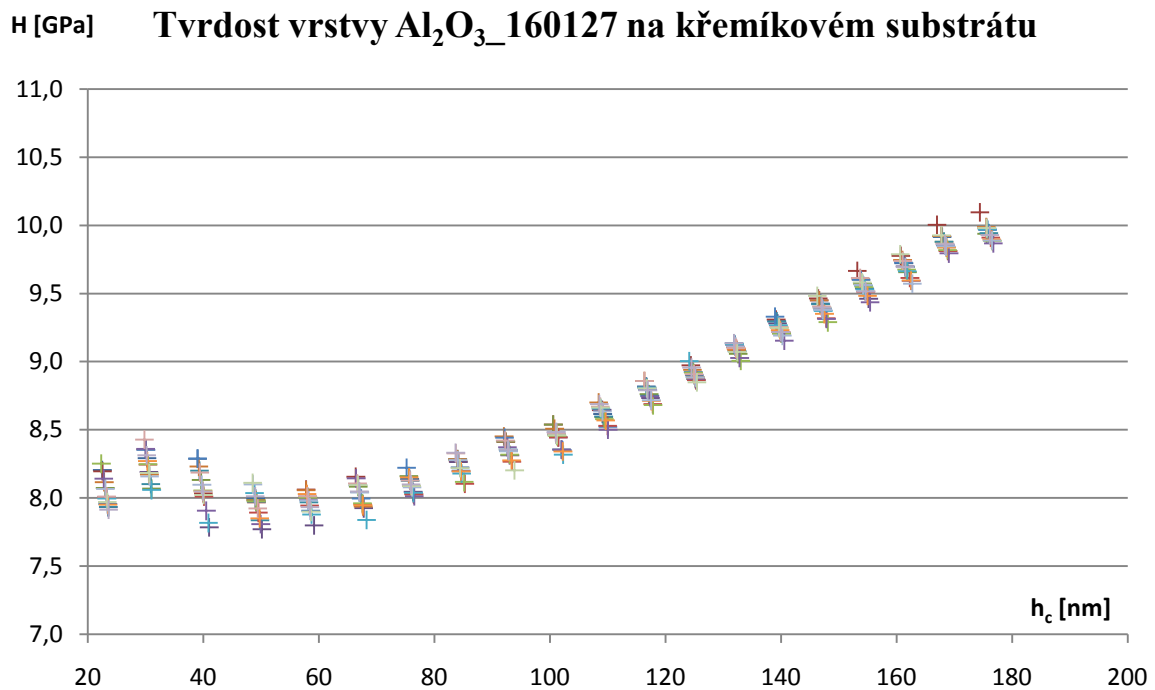
Obr. 4.5. Závislost indexu lomu vrstvy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na vlnové délce

Ze závislosti indexu lomu na vlnové délce je patrné, že index lomu je v oblasti infračerveného spektra téměř konstantní. Pohybuje se od 1,575 do 1,58. V oblasti viditelného spektra dochází ke zvyšování indexu lomu od 1,58 ke hranici 1,62.

Získané hodnoty indexu lomu jsou velmi blízké k předpokládané hodnotě kolem 1,6 – 1,65.

## 4.2. Mechanické vlastnosti – tvrdost

Pro měření tvrdosti byl použit přístroj triboindentor Hysitron TI 950. Tvrdost byla zjištěna vtiskovou zkouškou. Na obrázku níže (viz Obr. 4.6) je hloubkový profil tvrdosti systému vrstva – substrát.

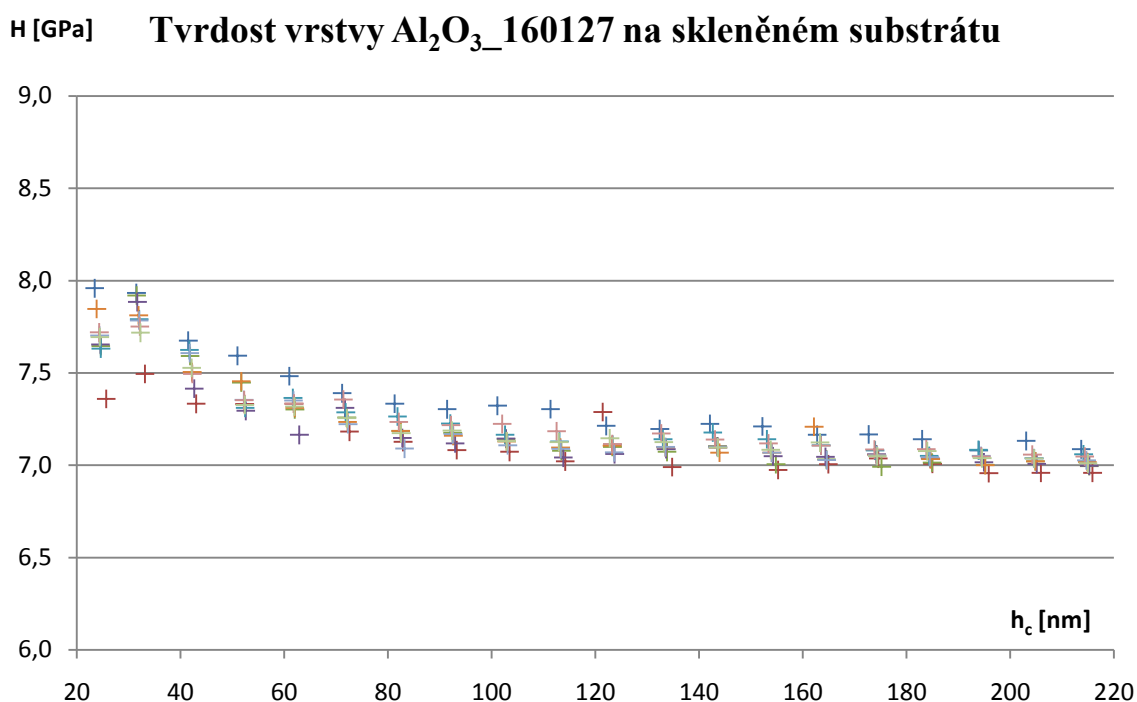


Obr. 4.6. Hloubkový profil tvrdosti systému Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_160127 – křemíkový substrát

Pro vyhodnocení tvrdosti vrstev se používá empirické pravidlo. Toto pravidlo určuje hloubku pro relevantní výsledky na poměr 1:10 (vrstva - substrát). Lepší variantou je zobrazení celého měřeného hloubkového profilu a podle průběhu určit oblast pro odečtení tvrdosti vrstvy. Z naměřeného hloubkového profilu systému vrstva Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_160127 – křemíkový substrát je patrné, že se vliv podložního materiálu začne projevovat až od kontaktní hloubky kolem 80 nm. Od této hloubky se již začíná projevovat tvrdost křemíku, která je vyšší. V oblasti mezi 20 nm až 80 nm je tedy možné poměrně přesně určit tvrdost vytvořené vrstvy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_160127. Tato tvrdost se pohybuje mezi 8 GPa až 8,5 GPa. V kontaktní hloubce 20 nm až 80 nm je také patrný mírný pokles tvrdosti. Ten mohl být způsoben vyšším průtokem v průběhu depozice, což by vysvětlovalo pokles tvrdosti. Na konci depozice bylo připouštěno do aparatury méně kyslíku a tím se tvrdost výsledné vrstvy zvýšila. Kromě zvlnění v nízké kontaktní hloubce je možné pozorovat nízký rozptyl opakovaných měření. Nízký rozptyl jednotlivých měření poukazuje na dobrou homogenitu vytvořené vrstvy. Malý rozptyl naměřených hodnot v oblasti kontaktní hloubky nad 120 nm – 140 nm podává informace o dobré adhezi vrstvy s křemíkovým substrátem. Díky malému rozptylu je zřejmé, že během měření pomocí vtiskové metody nedošlo k delaminaci nebo vytvoření prasklin ve vrstvě. Tyto defekty by se na měřeném hloubkovém profilu projevíly velkým rozptylem hodnot právě v oblasti vyšší kontaktní hloubky.



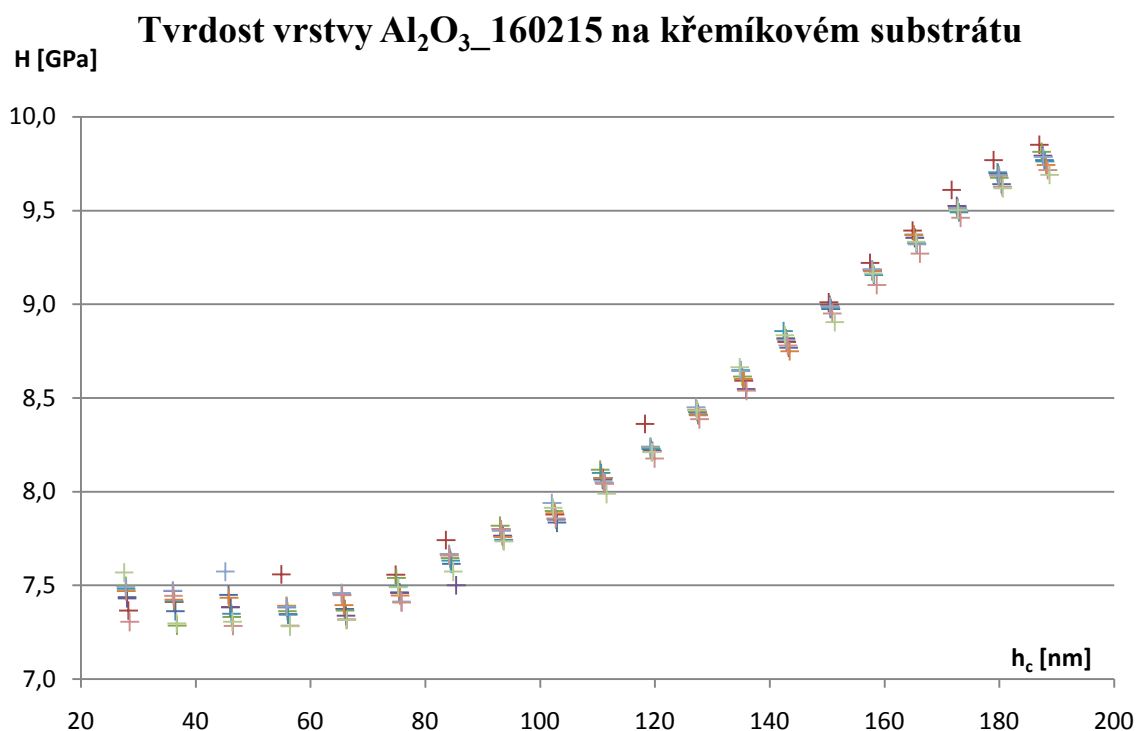
Kromě měření hloubkového profilu tvrdosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  na křemíkovém substrátu bylo provedeno také měření na skleněném substrátu. Výsledný hloubkový profil je na obrázku níže (viz Obr. 4.7).



**Obr. 4.7. Hloubkový profil tvrdosti systému  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  – podložní sklo**

Pro hloubkový profil tvrdosti systému vrstva – substrát bylo provedeno měření v celém rozsahu, aby bylo možné určit vhodnou oblast pro odečtení správné hodnoty tvrdosti vrstvy. Z tohoto hloubkového profilu tvrdosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  je patrný velký pokles tvrdosti ve srovnání s měřením na křemíku. Z naměřeného průběhu je zřejmé, že nejlepší oblast pro určení tvrdosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  na skle je blízko povrchu, v oblasti kontaktní hloubky 20 nm – 40 nm. V tomto rozmezí kontaktní hloubky se tvrdost pohybuje mezi 7,5 GPa až 8 GPa. Pro kontaktní hloubku od 40 nm do 220 nm hodnota tvrdosti klesá na 7,5 GPa až k hodnotě kolem 7,0 GPa. Příčinou tohoto poklesu byl rostoucí vliv nižší tvrdosti podložního mikroskopického skla. Tento vliv byl způsoben plastickou deformací skla v průběhu měření. Díky tomu jsou výsledky měření tvrdosti na podložním skle značně zkreslené. Z tohoto důvodu je použití podložního mikroskopického skla pro měření hloubkového profilu tvrdosti nevhodné. Z naměřeného průběhu hloubkového profilu je dále patrný malý rozptyl hodnot opakovaných měření. Tento výsledek poukazuje na velice dobrou homogenitu vytvořené vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  na skle. Kromě dobré homogenity lze částečně vyhodnotit z naměřeného průběhu adhezi vrstvy k substrátu. Vzhledem k tomu, že se v kontaktní hloubce nad 100 nm neprojevovalo zvýšení rozptylu hodnot, nedošlo k vytvoření prasklin nebo delaminaci vrstvy.

Další testovanou vrstvou, která byla podrobena vtiskové zkoušce pro získání hodnoty tvrdosti, byla  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ . Naměřený průběh hloubkového profilu tvrdosti systému vrstva – substrát je na obrázku níže (viz Obr. 4.8).

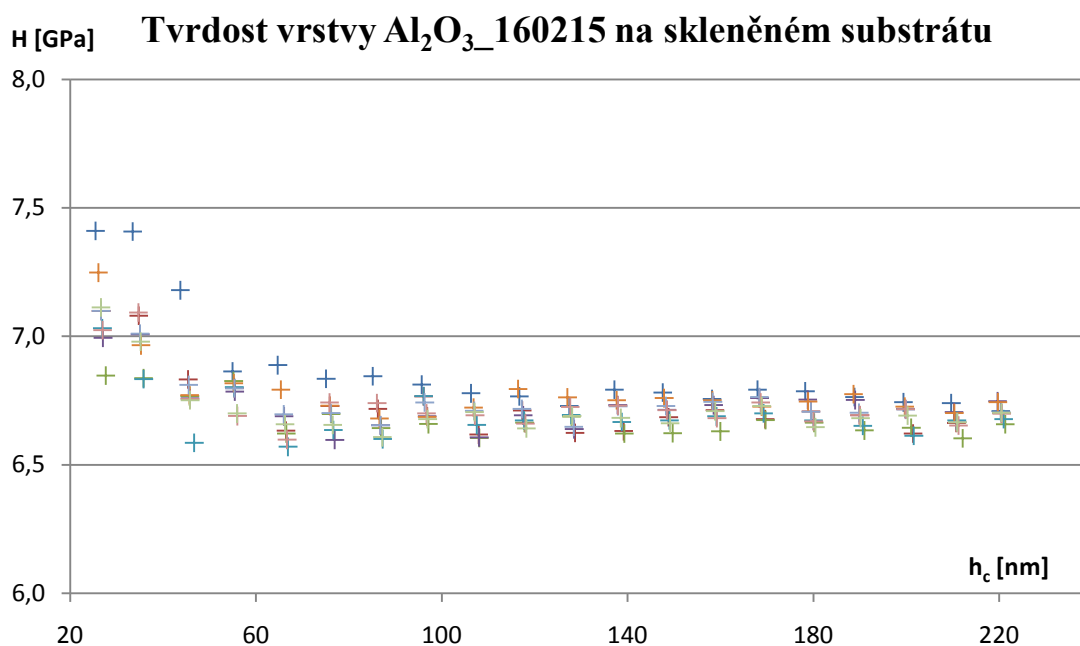


Obr. 4.8. Hloubkový profil tvrdosti systému  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  – křemíkový substrát

Pro hloubkový profil tvrdosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  na křemíkovém substrátu bylo provedeno opakované měření. Díky tomu je možné se vyhnout empirickému pravidlu tloušťky vrstvy a substrátu (1:10) a určit optimální oblast pro vyhodnocení výsledků. Tato oblast byla určena pro kontaktní hloubku mezi 20 nm – 80 nm. V tomto rozsahu kontaktní hloubky je možné určit tvrdost vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ , která se pohybuje v rozmezí 7,2 GPa – 7,6 GPa. Pokles tvrdosti v oblasti kontaktní hloubky 40 nm – 70 nm mohl být způsoben vyšším průtokem kyslíku v průběhu depozice. V kontaktní hloubce nad 80 nm se začne projevovat vliv křemíkového substrátu. Díky tomu se měřená tvrdost vrstvy vlivem křemíku zvyšuje až k 10 GPa. Tato výsledná hodnota tvrdosti je více ovlivňována tvrdostí samotného křemíku namísto měřené vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ .

Ze získaného hloubkového profilu tvrdosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  na křemíkovém substrátu je patrný malý rozptyl hodnot ve vyšší kontaktní hloubce. Díky tomuto malému rozptylu hodnot lze určit, že v průběhu měření nedošlo k poškození vrstvy vlivem delaminací nebo prasklin. V případě jejich výskytu by se tyto defekty projevíly zvýšením rozptylu naměřených dat. Adheze vrstvy s křemíkovým substrátem je tedy velmi dobrá. Dále je z naměřených dat patrný malý rozptyl hodnot pro jednotlivá měření (provedeno 8 měření). Díky tomuto zjištění byla potvrzena velmi dobrá homogenita vrstvy v celém měřeném rozsahu.

Měření hloubkového profilu tvrdosti bylo provedeno také pro vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  vytvořenou na podložním mikroskopickém skle. Získaný výsledný hloubkový profil tvrdosti je na obrázku níže (viz Obr. 4.9).

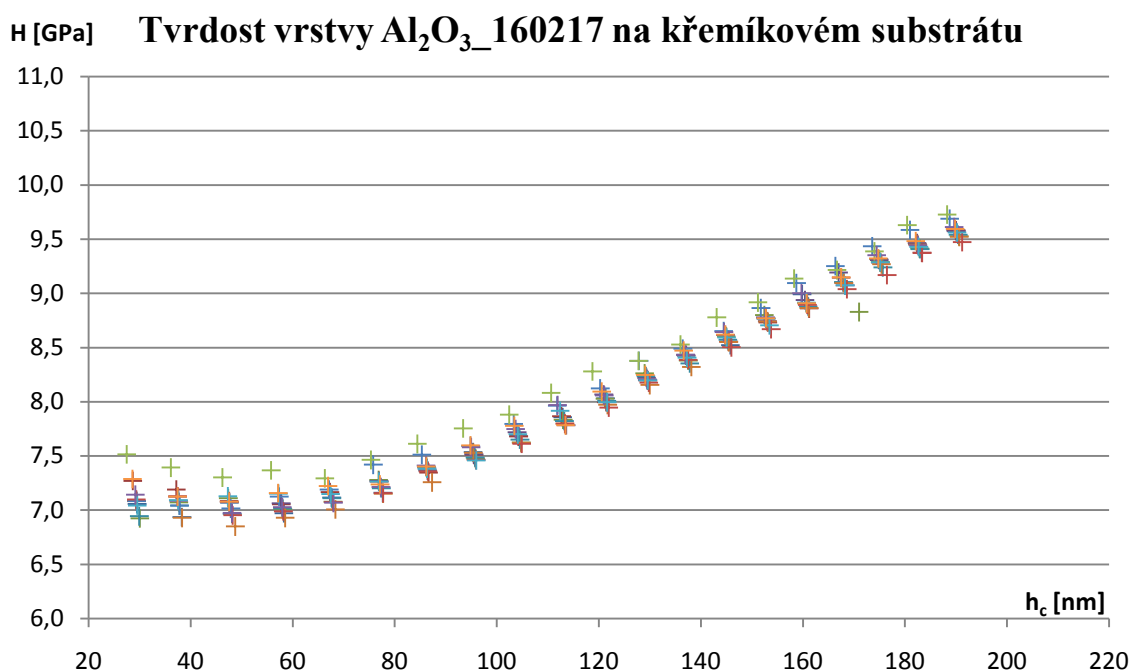


Obr. 4.9. Hloubkový profil tvrdosti systému  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  – podložní sklo

Měření hloubkového profilu tvrdosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  bylo provedeno v celém rozsahu tak, aby bylo možné provést určení nejlepší oblasti pro vyhodnocení tvrdosti. Z výsledků měření je zřejmý celkový pokles tvrdosti vrstvy na skleněném substrátu ve srovnání se substrátem křemíkovým. Tento celkový pokles byl způsoben plastickou deformací podložního skla. Z toho plyne, že oblast pro určení tvrdosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  je blízko povrchu. Tvrdost této vrstvy byla určena pro kontaktní hloubku od 20 nm do 40 nm, kde se její hodnota pohybuje mezi 7,0 GPa až 7,2 GPa. Ve srovnání s křemíkovým substrátem je hodnota tvrdosti nižší. V kontaktní hloubce nad 40 nm se tvrdost vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  snižuje na hodnotu kolem 6,6 GPa až 6,8 GPa. V této oblasti bylo měření velmi ovlivněno substrátem.

Velký rozptyl hodnot v kontaktní hloubce kolem 20 nm byl způsoben plastickou deformací skleněného substrátu, která se projevovala od začátku měření. Z průběhu hloubkového profilu tvrdosti je vidět zmenšující se rozptyl hodnot pro kontaktní hloubku nad 40 nm. Homogenita vytvořené vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  byla dobrá, což potvrzuje právě malý rozptyl hodnot. Na povrchu je ovšem rozptyl vyšší. Tento vyšší rozptyl mohl být způsoben právě plastickou deformací skla. Adheze této vrstvy s podložním mikroskopickým sklem je podle výsledků měření velmi dobrá. Tento výsledek potvrzuje malý rozptyl naměřených hodnot pro kontaktní hloubku nad 120 nm. Pro vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  bylo provedeno na skleněném substrátu celkem osm měření.

Poslední testovaným vzorkem byla vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$ , vytvořená na křemíkovém substrátu. Naměřený hloubkový profil tvrdosti systému vrstva – substrát je na obrázku níže (viz Obr. 4.10).

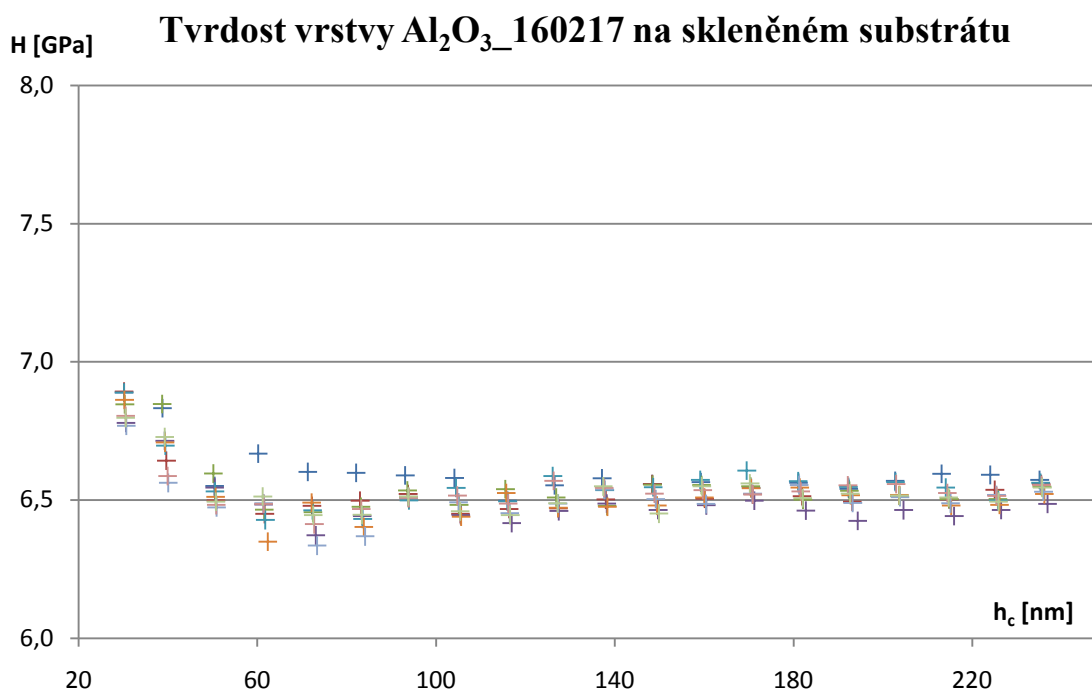


Obr. 4.10. Hloubkový profil tvrdosti systému  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  – křemíkový substrát

Měření hloubkového profilu tvrdosti poslední testované vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  bylo opět provedeno tak, aby odečtení tvrdosti vrstvy bylo provedeno z optimální oblasti. Díky tomu je možné se vyhnout pravidlu pro přibližný poměr vrstva – substrát 1:10. Ze získaného hloubkového profilu tvrdosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  na křemíku je zřejmé, že optimální oblast se nachází v rozmezí kontaktní hloubky 20 nm – 70 nm. V této hloubce se totiž neuplatní vliv křemíkového substrátu. Hodnota tvrdosti v uvedené kontaktní hloubce dosahuje 6,9 GPa – 7,3 GPa. V kontaktní hloubce nad 70 nm se v naměřeném průběhu viditelně projevuje vliv tvrdšího křemíkového substrátu rostoucí hodnotou tvrdosti. V kontaktní hloubce 40 nm – 60 nm je viditelný pokles tvrdosti ve srovnání s tloušťkou v kontaktní hloubce kolem 30 nm. Tento pokles mohl být způsoben velkým rozdílem průtoku reaktivního kyslíku v průběhu depozice.

Reprodukovatelnost měření byla velmi dobrá. Rozptyl naměřených průběhů byl minimální a potvrzuje dobrou homogenitu vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  na křemíkovém substrátu. Pro určení přibližné adheze vrstvy s křemíkovým substrátem je možné přihlídnout k malému rozptylu hodnot mezi jednotlivými průběhy v kontaktní hloubce nad 120 nm. Tento malý rozptyl je důkazem dobré adheze vrstvy. Pokud by v průběhu měření došlo ke vzniku deformací ve vrstvě nebo na rozhraní vrstva – substrát, byl by tento rozdíl znatelně viditelný ve výsledném průběhu. Deformace by se projevila například skokovou změnou hodnoty tvrdosti nebo zvýšeným rozptylem v oblasti vyšší kontaktní hloubky. Pro vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  na křemíku bylo provedeno celkem dvanáct měření.

Poslední měření tvrdosti bylo provedeno pro vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  vytvořenou na skleněném substrátu. Výsledný hloubkový profil tvrdosti systému vrstva – substrát je na obrázku níže (viz Obr. 4.11).



Obr. 4.11. Hloubkový profil tvrdosti systému  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  – podložní sklo

Ze získaného hloubkového profilu tvrdosti systému vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  na podložním mikroskopickém skle je patrný celkový pokles tvrdosti ve srovnání s křemíkovým substrátem. Z naměřeného průběhu je patrné, že došlo opět k plastické deformaci podložního skla. Proto je možné provést určení tvrdosti vrstvy pouze v oblasti malé kontaktní hloubky indentoru. V první části naměřeného průběhu se tvrdost pohybuje kolem 6,8 GPa až 6,9 GPa pro kontaktní hloubku 20 nm – 40 nm. Pro kontaktní hloubku nad 40 nm se daleko více projevuje vliv podložního skla poklesem tvrdosti na hodnotu kolem 6,5 GPa.

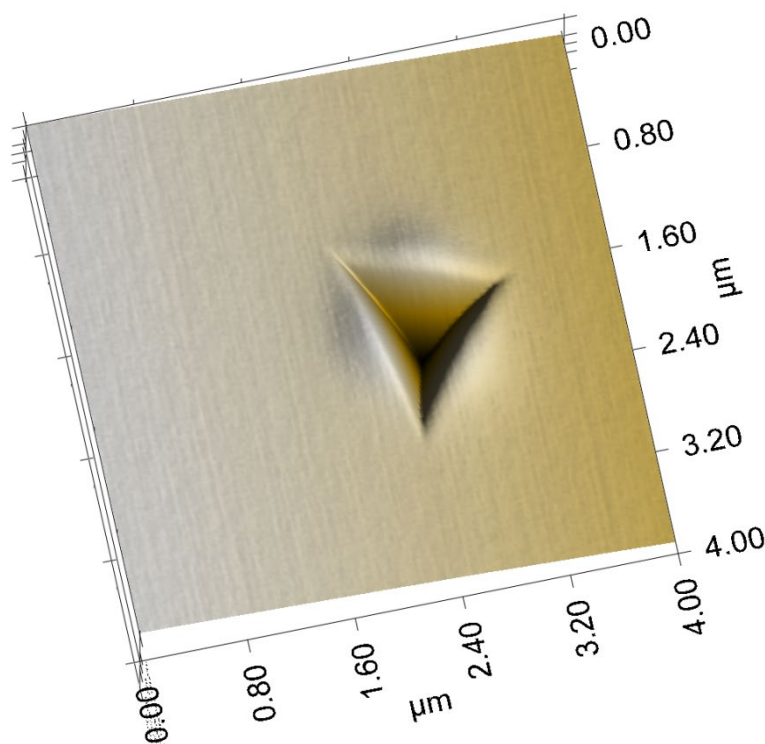
Rozptyl naměřeného průběhu není příliš velký, což je znakem velmi dobré homogenity měřené vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  na skle. Nízký rozptyl ve větší kontaktní hloubce je výsledkem dobré adheze vrstvy se skleněným substrátem. K nežádoucím defektům jako jsou delaminace nebo vytvoření prasklin v průběhu měření nedošlo. Výskyt defektů by se projevil zvýšením rozptylu hodnot nebo skokovou změnou v naměřeném průběhu tvrdosti. Pro vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  na podložním mikroskopickém skle bylo celkem provedeno osm vtisků.

Porovnáním tvrdostí jednotlivých vrstev bylo zjištěno, že s přibývajícím kyslíkem při depozici klesá tvrdost vrstvy, což odpovídá předpokladům. Kromě toho bylo u měřených vrstev zjištěno, že tvrdost se pohybuje od 6,9 GPa po 8,5 GPa. Tyto hodnoty odpovídají amorfni vrstvě  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . U měřených vzorků s křemíkovými substráty lze pozorovat vliv křemíkového substrátu od kontaktní hloubky nad 80 nm. Díky tomu, že byl získán hloubkový profil tvrdosti, bylo možné stanovit tvrdost podle naměřeného

průběhu. Nebylo tedy nutné použít empirické pravidlo, které určuje poměr vrstvy a substrátu na 1:10. Tvrdost vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na křemíkových substrátech byla díky tomu určena v oblasti kontaktní hloubky 20 nm – 80 nm. Pro vzorky vytvořené na skleněném substrátu bylo měření tvrdosti daleko více zkreslené. Zkreslení průběhu tvrdosti bylo dáno plastickou deformací. Získané hodnoty tvrdosti při použití skleněných substrátů se pohybovaly v rozmezí 6,8 GPa až 8 GPa. Ve srovnání s křemíkovými substráty byly hodnoty tvrdosti vždy nižší. Navíc na hloubkovém profilu tvrdosti pro skleněné substráty nebyla viditelná oblast, ve které by bylo možné jasně a zřetelně určit tvrdost vrstvy. Již od nízké kontaktní hloubky bylo měření ovlivněno plastickou deformací. Použití skleněných substrátů pro měření tvrdosti tedy nebylo vhodné.

Homogenita všech testovaných vrstev byla velmi dobrá. Tento výsledek potvrzuje velmi malý rozptyl hodnot opakovaného měření na různých místech vzorku. Kromě homogenity bylo možné dále ještě určit adhezi vrstvy k jednotlivým substrátům. Rozdíl mezi adhezí na křemíkovém a skleněném substrátu se v průběhu měření neprojevil. V průběhu měření nedošlo k poškození vrstvy. Trhliny, praskliny ani delaminace nebyly během měření pozorovány ani v měřeném hloubkovém profilu tvrdosti.

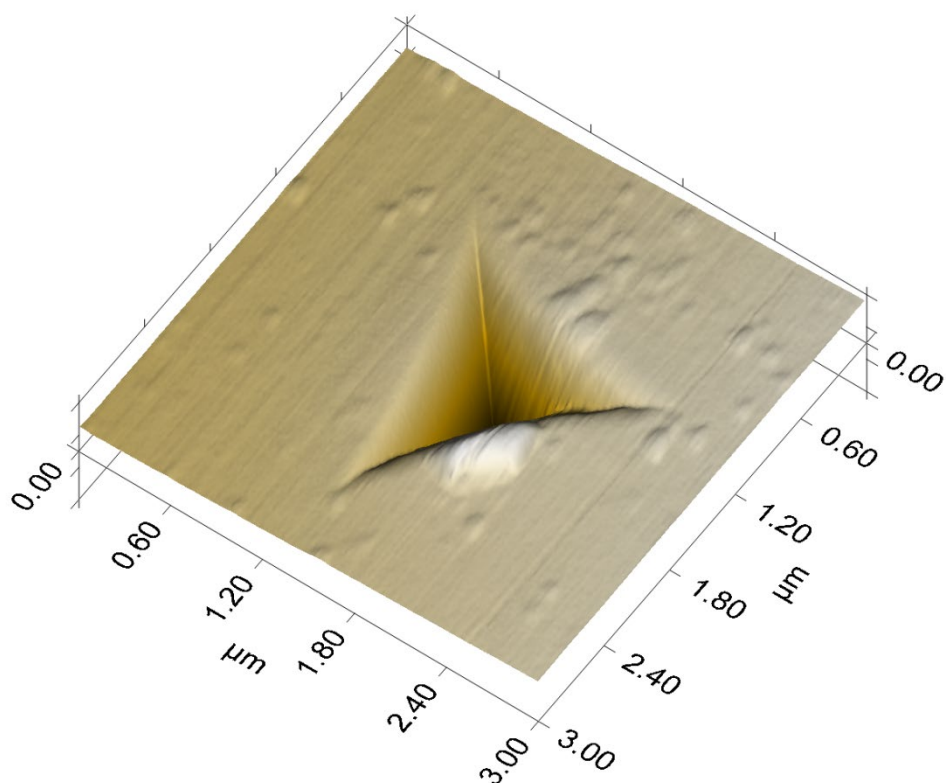
Na obrázku níže (viz Obr. 4.12) je naskenovaný vtisk do vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na křemíkovém substrátu. Tento snímek byl pořízen přímo pomocí hrotu a snímáním souřadnic pomocí ovládacího programu.



Obr. 4.12. Naskenovaný profil vtisku ve vrstvě  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na křemíkovém substrátu

Z naskenovaného 3D profilu je viditelná kompaktnost vrstvy. Na povrchu ani v okolí vtisku není viditelný náznak delaminace nebo trhliny. Kromě toho je možné pozorovat vytlačení materiálu v okolí vtisku. Hladký povrch vrstvy značí dobrou homogenitu vrstvy a velmi dobrou rovinnost křemíkového substrátu.

Na dalším obrázku (viz Obr. 4.13) je naskenovaný 3D profil vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na podložním mikroskopickém skle.



Obr. 4.13. Morfologie povrchu vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na podložním skle v okolí vtisku

Z naskenovaného 3D profilu jsou viditelné povrchové defekty skla, které jsou pokryty vytvořenou vrstvou. Sklo bylo před depozicí očištěno, ale broušení u vzorků provedeno nebylo. Výsledná vrstva tedy kopíruje povrch mikroskopického skla. Další zajímavou částí je bílý náběh vytlačené části v souřadnicích:  $1,8 \mu\text{m}$ ;  $1,8 \mu\text{m}$ . Tento bílý náběh je začínající delaminace na povrchu vrstvy. Vzhledem k tomu, že se delaminace vyskytuje velmi blízko vtisku, byla s největší pravděpodobností způsobena samotným vtiskem. Skenování a měření bylo provedeno pomocí diamantového hrotu, v průběhu měření byla na vrstvu aplikována síla  $10 \text{ mN}$ .



### 4.3. Mechanické vlastnosti – modul pružnosti

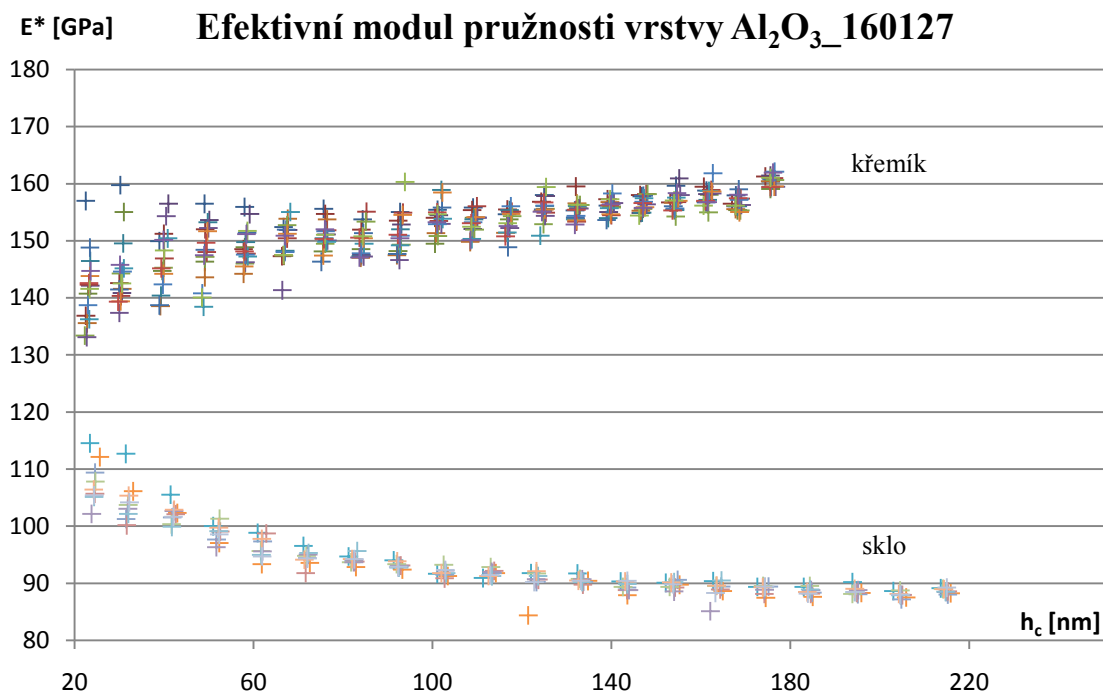
Modul pružnosti byl měřen pomocí přístroje Hysitron TI 950, použita byla vtisková zkouška a metoda Olivera - Pharrre. Z měření byly získány hodnoty pro indentační, respektive efektivní modul pružnosti. Metodou Olivera – Pharrre totiž není možné přímo získat hodnotu Youngova modulu pružnosti. Indentační modul pružnosti lze přepočítat na Youngův modul pružnosti pomocí vztahu (4.3): [33][35]

$$E^* = \frac{E}{1 - \mu^2}, \quad (4.3)$$

kde  $E^*$  je indentační modul pružnosti,  $E$  je Youngův modul pružnosti a  $\mu$  je Poissonův poměr.

Pokud by bylo nutné určit přímo Youngův modul pružnosti, bylo by nutné dosadit do vztahu za Poissonův poměr hodnotu od 0,15 (pro křemen viz [38]) do 0,3 (pro kovy viz [39]). Dosazením hodnoty do vztahu určíme Youngův modul pružnosti, ale s odhadem Poissonova poměru bude vnesena do výsledku další chyba. Z tohoto důvodu jsou v této kapitole výsledky orientovány na indentační, efektivní modul pružnosti.

Výsledky měření indentačního modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  na křemíku a na skle je možné vidět na obrázku níže (viz Obr. 4.14)

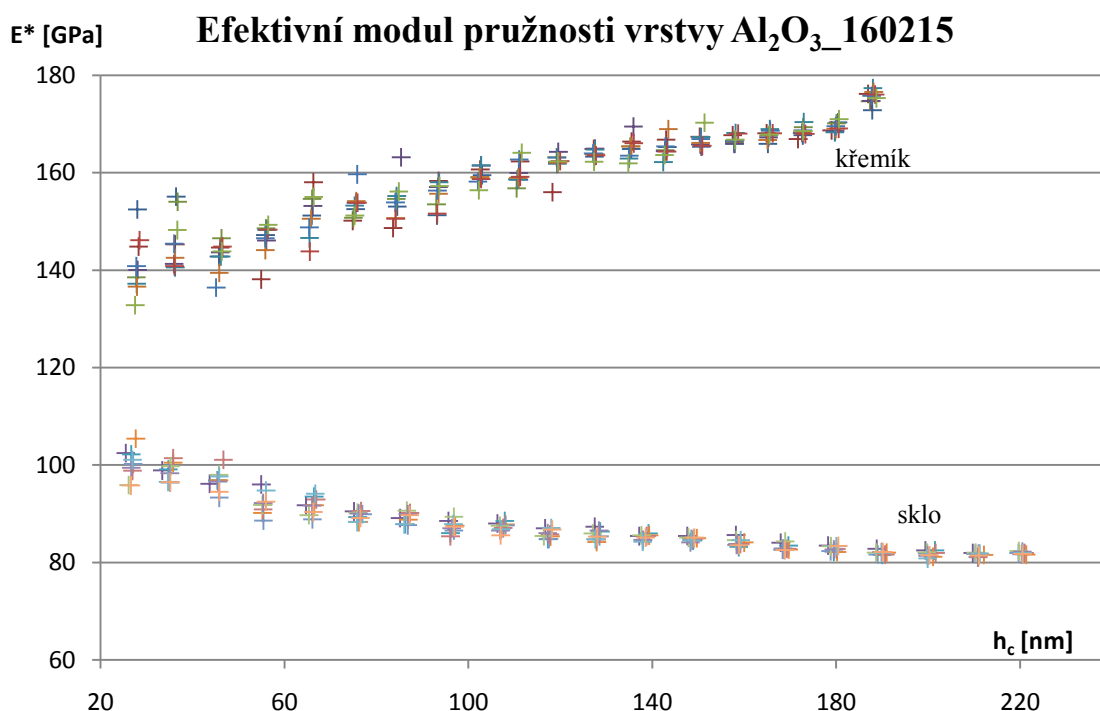


Obr. 4.14. Naměřená závislost efektivního modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$

Ze závislosti efektivního modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  na kontaktní hloubce je patrné, že se hodnota modulu pružnosti vrstvy na křemíkovém substrátu pohybuje mezi 135 GPa až 150 GPa. Na skleněném substrátu je hodnota efektivního modulu pružnosti v rozmezí 105 GPa až 110 GPa. Z naměřeného průběhu je patrné, že se hodnota modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$  nachází v bodě, kde se naměřené přímky protnou. Odhadem je hodnota efektivního modulu pružnosti určena na 125 GPa - 130 GPa. Měření efektivního modulu na křemíku bylo ovlivněno vyšší

hodnotou modulu pružnosti křemíkového substrátu. Díky tomu došlo ke zvyšování hodnoty modulu pružnosti na 155 GPa – 162 GPa. Naopak průběh naměřených hodnot modulu pružnosti na skleněném substrátu má klesající tendenci (směrem k hodnotám mezi 88 GPa – 90 GPa). V tomto případě se projevila plastická deformace substrátu a nižší hodnota modulu pružnosti skla. Velký rozptyl hodnot modulu pružnosti vrstvy na křemíkovém substrátu byl způsoben tím, že měřená vrstva byla příliš tenká. Zmenšování rozptylu v závislosti na kontaktní hloubce je dáno zvyšujícím se vlivem křemíku, případně skla.

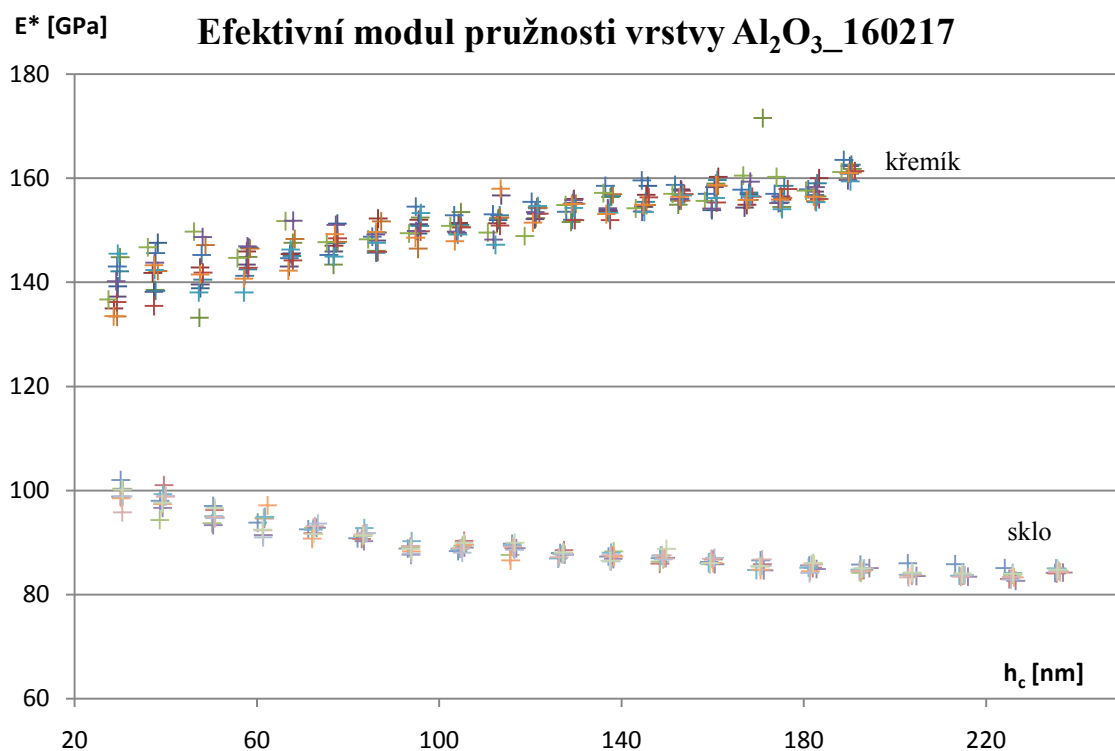
Dalším testovaným vzorkem byla vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ . Pro tuto vrstvu bylo provedeno indentační měření efektivního modulu pružnosti v závislosti na kontaktní hloubce (viz Obr. 4.15).



Obr. 4.15. Naměřená závislost efektivního modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$

Ze závislosti efektivního modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  je zřejmé, že na křemíkovém substrátu se hodnota modulu pružnosti pohybuje v rozmezí 135 GPa až 150 GPa pro kontaktní hloubku 20 nm – 40 nm. Na skleněném substrátu se hodnota modulu pružnosti vytvořené vrstvy pohybuje mezi 95 GPa až 105 GPa v kontaktní hloubce 20 nm – 40 nm. Protážením přímky z naměřeného průběhu pro křemíkový a skleněný substrát je možné získat bod, ve kterém se přímky protnou. Tento bod má přibližnou hodnotu kolem 125 GPa, což je výsledná hodnota efektivního modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$ . Efektivní modul pružnosti vrstvy na křemíkovém substrátu roste s větší kontaktní hloubkou. Tento růst je způsoben vyšší hodnotou modulu pružnosti křemíku. Rozptyl hodnot v kontaktní hloubce 20 nm – 60 nm byl způsoben tím, že pro měření byla použita velmi tenká vrstva (kolem 230 nm). Měření efektivního modulu pružnosti na skle má klesající tendenci. Tento postupný pokles byl způsoben nižší hodnotou modulu pružnosti skla a jeho plastickou deformací. Snížení rozptylu v oblasti vyšší kontaktní hloubky je způsobeno rostoucím vlivem podkladového materiálu.

Posledním měřeným vzorkem byla vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$ . Pro tuto vrstvu bylo také provedeno měření efektivního modulu pružnosti v závislosti na kontaktní hloubce. Výsledek měření je na obrázku níže (viz Obr. 4.16).



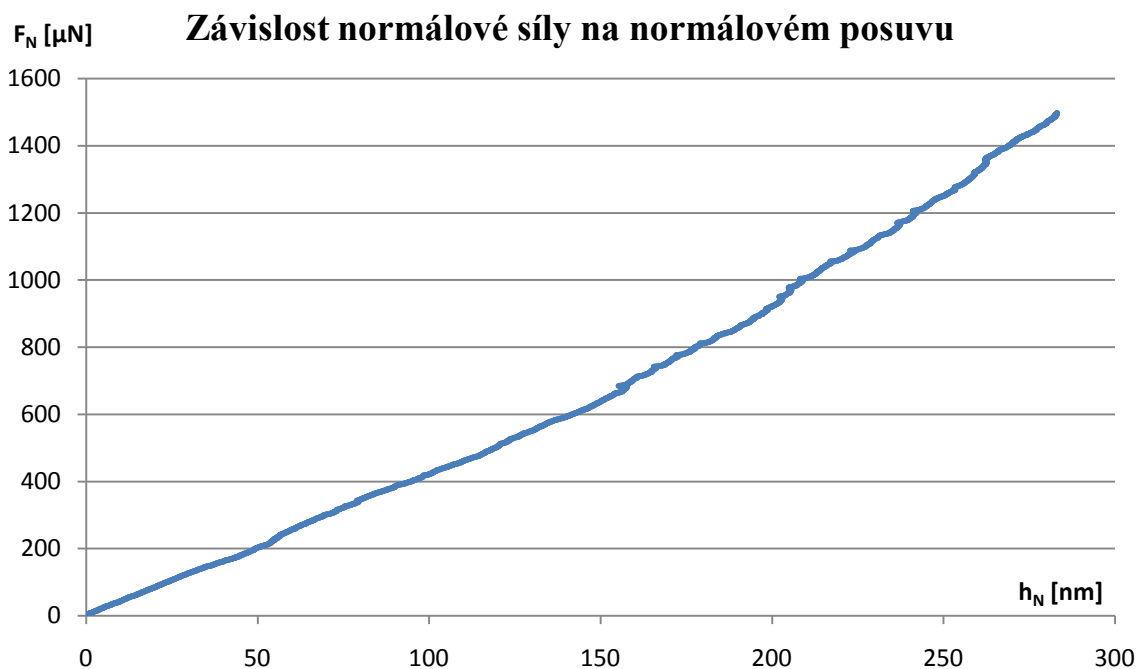
Obr. 4.16. Naměřená závislost efektivního modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$

Z naměřené závislosti efektivního modulu pružnosti vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  je patrné, že se efektivní modul pružnosti pro vrstvu na křemíkovém substrátu pohybuje kolem 135 GPa - 145 GPa v rozmezí kontaktní hloubky 20 nm – 50 nm. Pro vrstvu na skleněném substrátu se v kontaktní hloubce 20 nm – 50 nm efektivní modul pružnosti pohybuje mezi 95 GPa až 105 GPa. Protažením přímky naměřeného průběhu pro křemíkový a skleněný substrát je možné získat přibližnou hodnotu efektivního modulu pružnosti. Tento efektivní modul pružnosti byl stanoven na hodnotu kolem 120 GPa až 125 GPa. S rostoucí kontaktní hloubkou se zvyšoval vliv substrátu na měřený průběh jeho zvýšením v případě křemíku a snížením v případě skla. Rozptyl naměřených hodnot nebyl v tomto měření tak výrazný, i když byl použit vzorek s tloušťkou vrstvy 227 nm.

Z porovnání jednotlivých vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  je zřejmé, že pro nižší hodnoty průtoku reaktivního kyslíku byl efektivní modul pružnosti vyšší. Hodnota efektivního modulu pružnosti s přibývajícím průtokem kyslíku klesala z hodnoty 125 GPa až 130 GPa na hodnotu 120 GPa až 125 GPa. Na měřeném průběhu pro křemíkový i skleněný substrát se stejně jako při měření tvrdosti projevoval vliv podkladového materiálu. Tento vliv měl za následek rostoucí modul pružnosti pro křemíkový substrát a klesající hodnotu modulu pružnosti pro skleněný substrát.

#### 4.4. Adheze vrstvy $\text{Al}_2\text{O}_3$

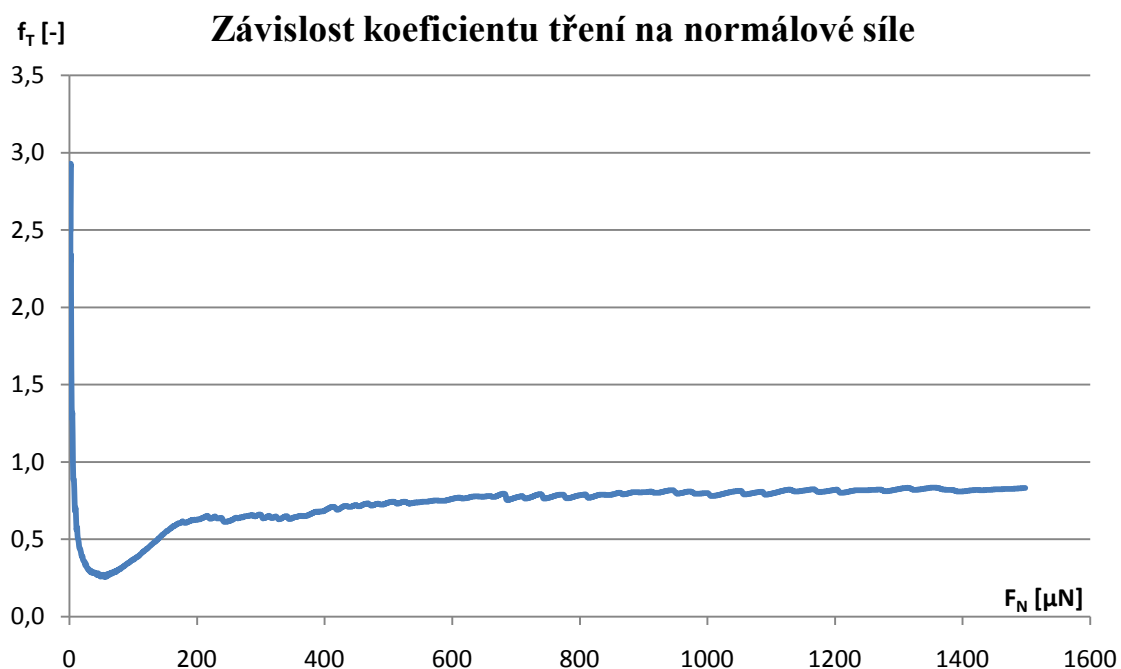
Adheze vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byla měřena pomocí triboindentoru Hysitron TI 950. Použit byl vrypový test s rostoucím zatížením a s konstantním zatížením. Výsledky měření jednotlivých vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160127}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160215}$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3_{160217}$  byly totožné. Z výsledků měření nebyl zjištěn žádný zásadní rozdíl mezi jednotlivými vzorky. Z tohoto důvodu je uveden vždy pouze jeden výsledek, odpovídající měřeným průběhům veškerých testovaných vzorků. Prvním pozorovaným parametrem byla závislost rostoucí normálové síly na normálovém posuvu (viz Obr. 4.17). V průběhu měření byla na testovanou vrstvu zvyšována aplikovaná síla až k hodnotě 1,5 mN.



Obr. 4.17. Závislost normálové síly na normálovém posuvu vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Z výsledků měření vrypového testu je zřejmé, že adheze vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na skleněném substrátu je velmi dobrá. Ze závislosti normálové síly na normálovém posuvu je patrné, že se zvyšující se silou docházelo ke zvyšování hloubky vniknutí hrotu. Při aplikaci normálové síly o velikosti 1,5 mN byl normálový posuv roven 285 nm. Vzhledem k tomu, že je tloušťka vrstvy kolem 230 nm, byl hrot pod úroveň rozhraní vrstva – substrát. Ze závislosti normálové síly na normálovém posuvu je patrné, že k poškození vrstvy nedošlo. Pokud by byla vrstva poškozena mikrotrhlinami nebo prasklinami, projevil by se defekt změnou charakteristiky naměřené závislosti. Citlivost měřicího systému je velmi vysoká a případný výskyt defektů by byl jasně viditelný rozkmitem hodnot a nakloněním měřené charakteristiky. V tomto případě ke změně charakteristiky měřeného průběhu nedošlo, zcela zřejmý je konstantní růst v průběhu celého měření. Tento výsledek udává, že se projevila elastická deformace vrstvy a plastická deformace skla, při které došlo k prohnutí vrstvy pod úroveň rozhraní. Nedošlo tedy k úplnému proniknutí hrotu skrze vrstvu na substrát. Zhodnocení prvního měření udává, že vytvořená vrstva má velmi dobrou adhezi s měřenými substráty. V průběhu měření nedošlo k delaminaci a poškození vrstvy. Vytvořená vrstva dále vykazovala velmi dobrou lomovou houževnatost.

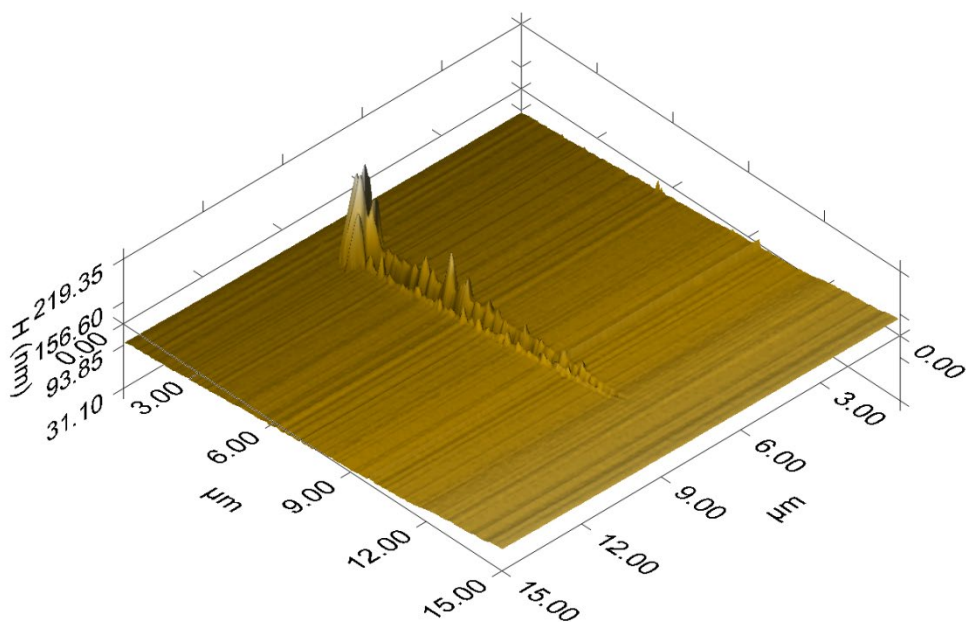
Kromě závislosti normálové síly na normálovém posuvu bylo možné z prvního měření získat závislost koeficientu tření na normálové síle (viz Obr. 4.18).



Obr. 4.18. Závislost koeficientu tření na normálové síle

Ze závislosti koeficientu tření na normálové síle je možné pozorovat snížení jeho hodnoty po náběhu na úroveň 0,25. S dalším zvyšováním normálové síly nad 80  $\mu\text{N}$  začalo docházet ke zvyšování koeficientu tření. Pro normálovou sílu 200  $\mu\text{N}$  byla hodnota koeficientu tření 0,6. Nad hodnotou 500  $\mu\text{N}$  byl koeficient tření roven 0,7.

Na obrázku níže (viz Obr. 4.19) je možné pozorovat naskenovaný 3D profil po dokončení jednoho z vrypů diamantovým hrotem do vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Na získaném profilu nejsou patrné žádné známky deformací vrstvy.



Obr. 4.19. Morfologie povrchu v okolí vrypu s rostoucím zatížením

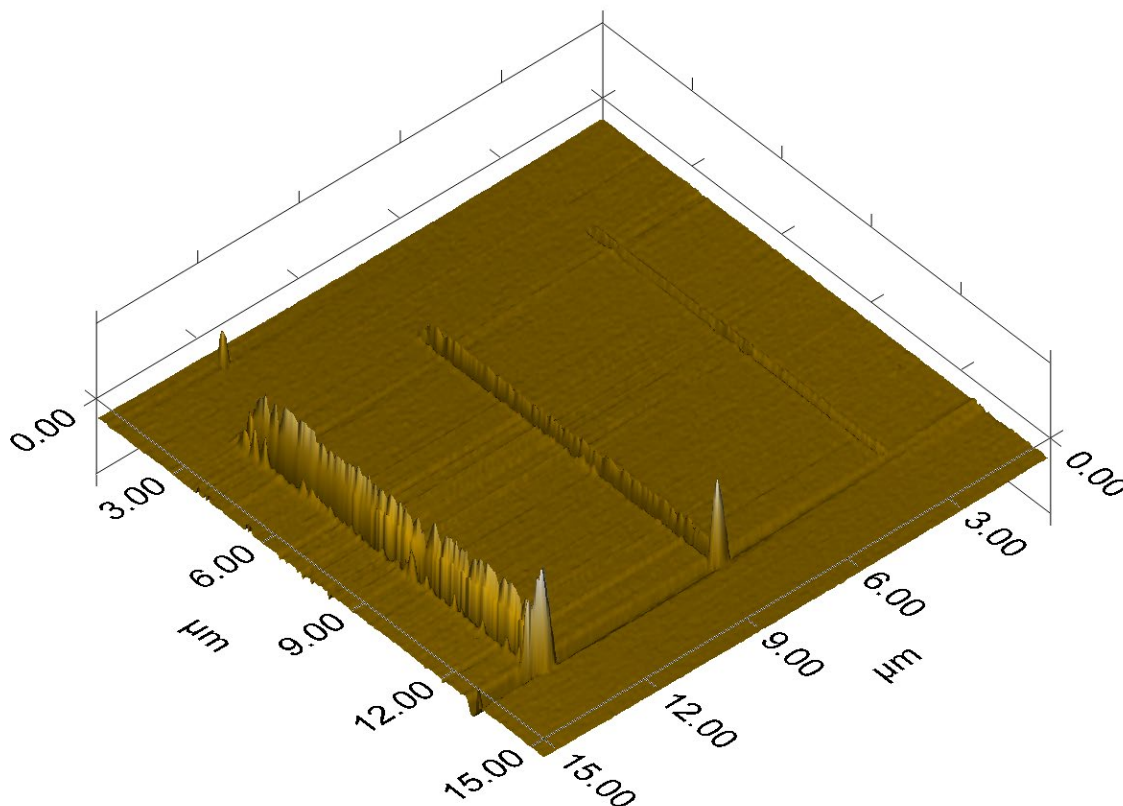
Druhým typem testů, který byl na vzorcích s vrstvou  $\text{Al}_2\text{O}_3$  proveden, byl vrypový test s konstantním zatížením. Tento test byl proveden se zatížením  $100 \mu\text{N}$ ,  $250 \mu\text{N}$  a  $500 \mu\text{N}$ . V následující tabulce (viz Tabulka 4) jsou uvedeny naměřené hodnoty normálové síly, normálového posuvu a koeficientu tření spolu se směrodatnou odchylkou

**Tabulka 4: Naměřené průměrné hodnoty pro vrypový test s konstantním zatížením**

$F_N$ [ $\mu\text{N}$ ]	$h_N$ [nm]	$f_T$ [-]	$F_L$ [ $\mu\text{N}$ ]
$100 \pm 0,013$	$22 \pm 3,7$	$0,26 \pm 0,14$	$26 \pm 14$
$250 \pm 0,012$	$58 \pm 5,6$	$0,60 \pm 0,10$	$150 \pm 25$
$500 \pm 0,014$	$113 \pm 8,5$	$0,67 \pm 0,15$	$336 \pm 75$

Z výsledků vrypového testu s konstantním zatížením lze vyčíst, že koeficient tření pro normálovou sílu  $100 \mu\text{N}$  klesl na nejnižší naměřenou hodnotu. Průměrná hodnota koeficientu tření byla  $0,26 \pm 0,14$ . Průměrné hodnoty koeficientu tření pro normálovou sílu  $250 \mu\text{N}$  a  $500 \mu\text{N}$  odpovídají hodnotám z měření při postupném zatížení. Průměrná hodnota normálového posuvu je nižší vlivem nerovnoměrného povrchu uvnitř vrypu.

Na následujícím obrázku (viz Obr. 4.20) je možné pozorovat 3D profil druhého testu. Z profilu je patrné, že nedošlo k náhlému odtržení vrstvy, loupání nebo jejímu popraskání. Povrch vrstvy je mimo oblast vrypů hladký a celistvý. Defekty nebyly zaznamenány ani v oblasti mezi jednotlivými vrypy.



**Obr. 4.20. Morfologie povrchu vrypových testů s konstantním zatížením**

## 4.5. Aplikace vrstvy

Výsledky jednotlivých měření a testů byly kromě tvrdosti a modulu pružnosti s minimálními rozdíly. Pokud by měla být vybrána vrstva z testovaného rozmezí, bylo by nejlepší použít vrstvu vytvořenou při napětí na magnetronu  $U_{MAG} = -294$  V s průtokem reaktivního kyslíku kolem 1,9 sccm. Tato vrstva měla nejvyšší tvrdost 8 GPa – 8,5 GPa a modul pružnosti 125 GPa až 130 GPa. Kromě lepších parametrů tvrdosti a modulu pružnosti je nutné připomenout, že se jednalo o nejkratší depozici z testovaných vrstev. Nevýhodou ovšem byla obtížnější stabilizace v blízkosti skoku do metalického módu.

Z výsledků měření optických vlastností, mechanických vlastností a adheze byl proveden návrh potenciálních aplikací. Z výsledků je patrné, že by bylo možné vrstvu použít jako filtr ultrafialového záření. V oblasti ultrafialového záření dochází k poklesu až na hranici propustnosti kolem 10 %. Propustnost vrstvy 90 % - 92 % v oblasti viditelného spektra je velmi vysoká. Další aplikací pro vytvořené vrstvy by mohla být jako antireflexní a zároveň pasivační vrstva pro solární články. Jako krycí a ochrannou vrstvu by bylo možné použít například pro výbojky, kde by vrstva zajišťovala chemickou ochranu s minimální absorpcí zdroje světla. Vrstva by mohla být použita také jako antireflexní a ochranný vícevrstvý film u optických čoček například fotoaparáty. Mezi potenciální aplikace vrstvy  $Al_2O_3$  lze zařadit také vícevrstvé systémy, kde by vrstva měla snížit mechanické namáhání a zvýšit mechanickou odolnost. Vrstva by mohla mít také využití pro polymery, jako ochranný film díky vysoké mechanické odolnosti a dobré lomové houževnatosti. Další potenciální aplikací by mohla být krycí ochranná vrstva displeje. Kromě displeje by bylo možné použít vrstvu pro optické vlnovody. Vzhledem k výsledkům vrypové zkoušky lze vrstvu použít také jako adhezní mezivrstvu. Jako adhezní mezivrstva by mohla být použita v optických aplikacích nebo jako spojovací medium vzájemně nepřilnavých vrstev. Díky dobré lomové houževnatosti, respektive velkému odporu vrstvy vůči vzniku trhlin, je vrstva odolná vůči křehkému lomu, což je výhodné pro uvedené aplikace.



## 5. Parametry použitých přístrojů

V této kapitole byl vytvořen výpis zařízení, přístrojů a dalších nezbytných komponent. Tyto použité přístroje, zařízení či komponenty byly během této práce používány k vytvoření vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a jejich vyhodnocení.

### 5.1. Aparatura PLS 160

Parametry: převzato z [40]

- Průměr magnetronu: 76 mm
- Terč: hliník
- Čistota terče: 5.0 (99,999%)
- Pracovní plyny: Ar, O<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>
- Čistota argonu: 5.3 (99,9993%)
- Čistota kyslíku: 5.1 (99,9991%)
- Čistota metanu: 5.5 (99,9995%)

#### 5.1.1. Napájení

Parametry:

- Síťová frekvence: 50/60 Hz
- Kontrolní napětí: 220 V AC/ 24 V AC
- Vstupní napětí:  $3 \times 240/400 \text{ V} \pm 5\%$

#### 5.1.2. Turbomolekulární vývěva

Parametry:

- Nominální rychlost otáček: 60 000 ot/min.
- Udržovací rychlost otáček: 40 000 ot/min.
- Mezní tlak turbomolekulární vývěvy:  $1 \times 10^{-8}$  mbar;  $1 \times 10^{-6}$  Pa
- Mezní tlak aparatury: 0,1 mPa

#### 5.1.3. Orientační měrka tlaku v komoře

Parametry:

- Pracovní teploty: 5 až 55 °C
- Třída přesnosti: 30 %
- Měřicí módy: studená katoda / Piraniho měrka
- Maximální dovolená vlhkost: 80 % při 31 °C
- Rychlost měření: 100 za minutu
- Rychlost displeje: 4 vzorky za minutu

- Vstupní napětí: 240 V AC
- Vstupní proud: 5 A
- Vstupní zdánlivý výkon: 1200 VA
- Maximální napěťové zatížení: 200 V DC
- Maximální proudové zatížení: 5 A
- Maximální výkonové zatížení: 40 W

## 5.2. Regulátory průtoků Alicat

Parametry: převzato z [41]

- Komunikační rychlost 10 ms
- Maximální průtok: 50 sccm
- Operační teploty: -40 °C až +50 °C
- Třída přesnosti:  $\pm 0,8$  % hodnoty + 0,2 % z měřítka
- Typ připojení: RS232, RS485
- Vstupní napětí: stejnosměrné: 12 V
- Vstupní proud: max. 800 mA

## 5.3. MKS Baratron Typ 627D

Parametry: převzato z [42]

- Časová odezva: max. 40 ms
- Hardwarová nula:  $\pm 20$  %
- Měřicí rozsah: do 13 Pa (0,1 Torr)
- Nulovací potenciometr:  $\pm 1$  %
- Operační teploty: 15 °C až 40 °C
- Třída přesnosti:  $\pm 0,25$  %
- Vstupní napětí: stejnosměrné: 15 V
- Vstupní proud: max. 250 mA

## 5.4. Převodník PR4000B-F

Parametry: převzato z [43]

- Operační teploty: 15-40 °C
- Třída přesnosti: 0,01 %  $\pm 1$  Digit
- Typ připojení: RS232
- Vstupní napětí: 85 - 265 V (47 - 63 Hz)
- Výstupní napětí:  $\pm 15$  V
- Výstupní proud: 1,5 A

## 5.5. Generátor Cesar 136

Parametry: převzato z [44]

- Maximální odražený výkon: 200 W
- Maximální výstupní výkon: 600 W
- Operační teploty: 5 - 35 °C
- Příkon: 1050 VA
- Síťová frekvence: 50/60 Hz
- Síťové napětí: střídavé: 230 V
- Síťový proud: 4,6 A
- Účinnost: 97 - 99 %
- Účinnost: 65 %

## 5.6. Generátor Pinnacle Plus

Parametry: převzato z [45]

- Maximální výstupní výkon: 5 kW
- Operační teploty: 0 - 40 °C
- Přesnost výstupních parametrů: 1 %
- Síťová frekvence: 50 – 60 Hz
- Účinnost: 95 %
- Vstupní napětí: 180 - 229 V (AC)
- Zvlnění výstupního napětí: méně než 2 %

## 5.7. Mikroskop Olympus Lext

Parametry: převzato z [46]

- Laser: vlnová délka  $\lambda = 408 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$
- Posuv: 150 mm × 100 mm
- Napájení posuvu: 100 V/115 V/120 V AC; 3 A/1,3 A; 50/60 Hz
- Objektivy:
  - MPLAPO100X
  - MPLFL50XBD
  - UMPLFL20XBD
  - UMPLFL10XBD
  - UMPLFL5XBD
- Pohybové rozlišení: 0,01  $\mu\text{m}$
- Napájení světelné jednotky:
  - 100 V – 120 V (AC); 3 A; 50/60 Hz
  - 200 V – 240 V (AC); 1,8 A; 50/60 Hz
- Světelný zdroj: LED s filtry pro úpravu barevného spektra
- Napájení kontroléru: 100 V - 120 V AC / 220 V - 240 V AC; 2 A/ 0,9 A; 50/60 Hz

## 5.8. Profilometr Taylor-Hobson (Talystep)

Parametry: převzato z [47]

- Měřicí jednotka
  - Přítlak jehly: 10 – 30  $\mu\text{N}$
  - Typ jehly: standartní kónická
  - Příčný posuv:  $\pm 1$  mm od středu
  - Příčná rychlost: 0,0025 mm/s
- Pracovní stolek
  - Velikost: 140  $\times$  165 mm v rámci 0,025 mm
  - Koordinovaný pohyb: 13 mm; krok 0,01 mm
  - Vzdálenost mezi jehlou a stolkem: 48 mm
  - Maximální výška jehly nad stolkem: 20 mm
- Optický mikroskop
  - Zvětšení: 10  $\times$
  - Zorné pole: 12 mm
- Elektronická jednotka
  - Zesílení vertikálního momentu: 5 000  $\times$  až 2 000 000  $\times$
  - Filtr: 25 Hz; 8 Hz; 2 Hz
  - Napájení: 95 V – 130 V AC; 190 V – 260V AC; 50/60Hz
  - Pracovní teploty: +5  $^{\circ}\text{C}$  až +45  $^{\circ}\text{C}$
- Přesnost systému
  - Podle zesílení: 1 % (5000  $\times$ ) až 4 % (2 000 000  $\times$ )

## 5.9. Spektrofotometr Varian Cary 5E

Parametry: převzato z [48]

- Lampa
  - UV ( $\text{D}_2$ )
  - VIS (QI)
  - Volný slot pro rtuťovou lampu
- Filtry
  - WG 320
  - OG 530
  - RG 780
  - Křemíkový interferenční filtr
  - Germaniový interferenční filtr
- Monochromátor
  - Velikost posuvu: 70 mm  $\times$  45 mm
  - Úhlový posun: 10,3  $^{\circ}$  (NIR) 8,5  $^{\circ}$  (UV)
  - Disperze:
    - 0,98 nm / mm (UV-VIS)
    - 3,92 nm / mm (NIR)

- Počet řádků:
  - UV – VIS mřížka: 1200 řádků / mm
  - NIR mřížka: 300 řádků / mm

## **5.10. Triboindenter Hysitron TI 950**

Parametry: převzato z [49]

- Testovací módy
  - vtisková zkouška
  - vrypová zkouška
  - nanootěr
- Zatěžovací část
  - Rozlišení: < 1 nN
  - Šum: < 30 nN
  - Kontaktní síla:  $\leq 70$  nN
- Posuv
  - Přesnost: < 0,02 nm
  - Šum: < 0,2 nm
  - Rychlost: < 0,05 nm/sec

# Závěr

V této diplomové práci byl podle předchozích zpráv z laboratorního deníku testován starý terč. Kromě opakování testu byla zaznamenána hystereze pro naprašování  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Dále byl navržen proces reaktivního magnetronového naprašování pro nově nainstalovaný hliníkový terč. Tento návrh byl také ověřen. Kromě ověření navrženého procesu byla zjištěna i hysterezní závislost napětí na magnetronu na průtoku kyslíku pro nový terč. Technologické okno nového terče bylo stanoveno podle limitů reaktivního módu hysterezní závislosti. Dolní limit napětí na magnetronu byl stanoven podle povrchu vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na křemíku, kde došlo k vytvoření bublinek vlivem vysokého průtoku kyslíku. Horní limit napětí na magnetronu byl stanoven těsně před skokem do metalické části hysterezní křivky. Vytvořené vrstvy byly po sledování mikroskopem měřeny pomocí profilometru Talystep. Ze získaných hodnot naměřené tloušťky vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na skleněných a křemíkových substrátech byly stanoveny depoziční rychlosti  $\text{Al}_2\text{O}_3$  z nového hliníkového terče. Z těchto depozičních rychlostí pro vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byly určeny přibližné časy pro naprašování vrstev o tloušťce  $d = 70$  nm.

Ze získaných dat depozičních rychlostí pro jednotlivé depoziční vrstvy byly dále vytvořeny testovací vrstvy o tloušťce 120 nm. Bohužel již při optických testech se ukázalo, že tloušťka není dostačující. Z tohoto důvodu bylo nutné provést nové depoziční vrstvy pro vytvoření vrstvy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o tloušťce kolem 230 nm v nejširším možném rozmezí napětí na magnetronu a průtoku kyslíku. Díky tomu, že došlo ke zvýšení tloušťky vrstvy, bylo nutné prodloužit dobu depoziční části naprašování. Při prodloužené depoziční části naprašování bylo zjištěno, že dochází k velkým změnám průtoku kyslíku. Naprašování totiž probíhalo při konstantním napětí a průtok kyslíku byl dostavován. Díky dostavování došlo ke snížení pracovního rozmezí, neboť u vrstev s nižší hodnotou napětí došlo k velkému nárůstu kyslíku. Tento nárůst kyslíku se projevil loupáním vrstvy a vytvářením bublinek ve vrstvě. Celkem byly vytvořeny tři testovací vrstvy s tloušťkou 230 nm pro napětí na magnetronu  $U_{\text{MAG}} = -275$  V,  $-285$  V,  $-294$  V. Tyto vrstvy byly podrobeny měření optických vlastností, mechanických vlastností a adheze.

Výsledkem optických měření bylo získání závislosti propustnosti na vlnové délce. Propustnost vrstvy se pohybovala mezi 90 % až 92 % pro vlnovou délku od  $\lambda \sim 400$  nm - 1500 nm. Rozdíly mezi jednotlivými průběhy byly minimální. Ze získaného průběhu propustnosti byla nad rámec zadání stanovena také závislost indexu lomu na vlnové délce. Index lomu se pohyboval v rozmezí 1,58 až 1,62 pro vlnovou délku od 350 nm - 1500 nm. Z výsledků mechanických vlastností je dále patrné, že tvrdost jednotlivých vrstev s rostoucím průtokem kyslíku klesala z hodnoty kolem 8 GPa na 7 GPa. Hodnota efektivního modulu pružnosti s rostoucím průtokem kyslíku také klesala od 125 GPa - 130 GPa na 120 GPa - 125 GPa. Ze získaných závislostí hloubkového profilu tvrdosti jednotlivých vrstev bylo možné pozorovat velmi malý rozptyl naměřených hodnot. Díky tomu bylo možné vyhodnotit homogenitu vrstvy, která byla velmi dobrá. Kromě homogenity vrstvy bylo možné hrubě určit adhezi vrstvy. Díky absenci skokových změn naměřených průběhů byla očekávána velmi dobrá adheze vrstvy se substráty.

Tento výsledek byl potvrzen pomocí vrypové zkoušky, kdy nedošlo k delaminaci či odtržení vrstvy od substrátu.

Podle výsledků optických, mechanických vlastností a adheze byly navrženy potenciální aplikace pro vytvořené vrstvy. Mezi aplikace by bylo možné zařadit například filtr UV záření, antireflexní a pasivační vrstvu pro solární články, vícevrstvé systémy, kde by měla vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3$  snížit mechanické namáhání a zvýšit mechanickou odolnost nebo jako adhezní mezivrstva pro nepřilnavé povrchy.

Kromě provedených testů by bylo velmi zajímavé provést žíhání daných vrstev, opakovaní měření a provést vyhodnocení. Při teplotách nad  $500\text{ }^\circ\text{C}$  až  $1100\text{ }^\circ\text{C}$  by mělo dojít k rekrystalizaci vrstvy na jednu z fází  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Díky tomu by nejspíše došlo ke změnám mechanických vlastností, kdy by mohlo dojít ke zvýšení tvrdosti. Nevýhodou by mohla být ztráta lomové houževnatosti a snížení odolnosti vůči lomu vrstvy.



# Literatura

- [1] KANTAR, Filip. *PVD povlaky nové generace* [online]. Brno, 2015, 46 s. [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=102944](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=102944). Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Aleš Jaroš.
- [2] *Tenké vrstvy* [online]. In: . 2006, s. 41 [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_fel\\_1.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf)
- [3] FOLTÝN, Michal. *Povlakované slinuté karbidy* [online]. Brno, 2008, [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=6370](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=6370) [cit. 2015-12-06]. Bakalářská práce. Vysoké učení technické Brno, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Doc. Ing. Anton Humár, CSc.
- [4] DOLEŽALOVÁ, Petra. *Vlastnosti povlaků řezných nástrojů ze slinutého karbidu* [online]. Brno, 2013 [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=64126](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=64126). Diplomová práce. Vysoké učení technické Brno, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Karel Osička PhD.
- [5] KŘEPELKA, Jaromír. *Přehled použití tenkých vrstev* [online]. Olomouc, 2014, 20 s. [cit. 2015-12-06]. Dostupné také z: [ftp://afnet.upol.cz/Public/AFNET/literatura/01-prehled\\_pouziti.pdf](ftp://afnet.upol.cz/Public/AFNET/literatura/01-prehled_pouziti.pdf). Univerzita Palackého v Olomouci, Přírodovědecká fakulta.
- [6] LIBRA, Martin. *Naprašování tenkých vrstev: Naprašování tenkých vrstev ITO – tenké vrstvy pro elektrotechniku. Elektro: Časopis pro elektrotechniku* [online]. 2003 [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev-14441>
- [7] DUŠEK, Jan. *Řízení procesu reaktivního magnetronového naprašování* [online]. Brno, 2014, 71 s. [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=88338](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=88338). Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Vedoucí práce Ing. Tomáš Fořt Ph.D., ÚPT AVČR, Brno.
- [8] VALTER, Jan. *Reaktivní magnetronové naprašování* [online]. In: . HVM Plasma, s. 21 [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: [http://vakspol.cz/lsvt06/valter\\_lsvt06.pdf](http://vakspol.cz/lsvt06/valter_lsvt06.pdf)
- [9] CHOCHOLA, Ondřej. *Napájecí zdroj pro pulsní magnetronové naprašování* [online]. Brno, 2008, 44 s. [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=8667](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=8667). Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Vedoucí práce Doc. Ing. Jaroslav Boušek, Csc.

- [10] MEISSNER, Michal, Tomas TOLG, Pavel BAROCH a Jindrich MUSIL. Elimination of Arcing in Reactive Sputtering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Thin Films Prepared by DC Pulse Single Magnetron. *Plasma Processes and Polymers* [online]. 2011, **8**(6), s. 500-504 [cit. 2015-12-06]. DOI: 10.1002/ppap.201000208. ISSN 16128850. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/ppap.201000208>
- [11] CARTER, D., H. WALDE, G. MCDONOUGH a G. ROCHE. *45th Annual Technical Conference Proceedings: Parameter Optimization in Pulsed DC Reactive Sputter Deposition of Aluminum Oxide* [online]. Fort Collins, 2002, s. 570-577 [cit. 2015-12-06]. ISSN 0737-5921. Dostupné z: <http://www.advanced-energy.com/upload/File/Reprints/Param%20Opt%20in%20Plsd%20DC%20Reac%20Sputt%20Dep%20Alum%20Ox.pdf>
- [12] NAVARCORENA, Beatriz a Julián RODRIGO, et al. Cermet coating deposition by DC reactive co-sputtering process controlled by voltage. *Slideshare* [online]. Paris, France, 2013 [cit. 2015-12-10]. Dostupné z: <http://www.slideshare.net/AINTECH/ivc-20131>
- [13] NOWICKI, R. S. Properties of rf-sputtered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films deposited by planar magnetron. *Journal of Vacuum Science and Technology* [online]. **14**(1), s. 127- [cit. 2015-12-10]. DOI: 10.1116/1.569103. ISSN 00225355. Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvst/14/1/10.1116/1.569103>
- [14] SPROUL, W. D. Reactive direct current magnetron sputtering of aluminum oxide coatings. *Journal of Vacuum Science* [online]. **13**(3), s. 1188- [cit. 2015-12-10]. DOI: 10.1116/1.579859. ISSN 07342101. Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvsta/13/3/10.1116/1.579859>
- [15] KELLY, P. J. a R. D. ARNELL. Control of the structure and properties of aluminum oxide coatings deposited by pulsed magnetron sputtering. *Journal of Vacuum Science* [online]. 1999, **17**(3), s. 945- [cit. 2015-12-10]. DOI: 10.1116/1.581669. ISSN 07342101. Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvsta/17/3/10.1116/1.581669>
- [16] HOUSKA, J., J. BLAZEK, J. REZEK a S. PROKSOVA. Overview of optical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films prepared by various techniques. *Thin Solid Films* [online]. 2012, **520**(16), s. 5405-5408 [cit. 2015-12-10]. DOI: 10.1016/j.tsf.2012.03.113. ISSN 00406090. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S004060901200404X>
- [17] PRASANNA, S., G. MOHAN RAO, S. JAYAKUMAR, M.D. KANNAN a V. GANESAN. Dielectric properties of DC reactive magnetron sputtered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films. *Thin Solid Films* [online]. 2012, **520**(7), s. 2689-2694 [cit. 2015-12-11]. DOI: 10.1016/j.tsf.2011.11.040. ISSN 00406090. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0040609011020530>
- [18] PRASANNA, S., G. KRISHNENDU, S. SHALINI, P. BIJI, G. MOHAN RAO, S. JAYAKUMAR a R. BALASUNDARAPRABHU. Composition, structure and

- electrical properties of DC reactive magnetron sputtered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films. *Materials Science in Semiconductor Processing* [online]. 2013, **16**(3), s. 705-711 [cit. 2015-12-11]. DOI: 10.1016/j.mssp.2012.12.012. ISSN 13698001. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1369800112003022>
- [19] ANDERSON, Jon Martin. *Controlling and formation and stability of alumina phases*[online]. Linköping, 2005, 55 s. [cit. 2015-12-11] . Dostupné také z: <https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:20988/FULLTEXT01.pdf>. Dissertation. Linköping universitet, Institute of technology.
- [20] RUPPI, S. Deposition, microstructure and properties of texture-controlled CVD  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2005, **23**(4-6), s. 306-316 [cit. 2015-12-12]. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2005.05.004. ISSN 02634368. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0263436805000739>
- [21] BALAKRISHNAN, G., P. KUPPUSAMI, S. Tripura SUNDARI, R. THIRUMURUGESAN, V. GANESAN, E. MOHANDAS a D. SASTIKUMAR. Structural and optical properties of  $\gamma$ -alumina thin films prepared by pulsed laser deposition. *Thin Solid Films* [online]. 2010, **518**(14), s. 3898-3902 [cit. 2015-12-12]. DOI: 10.1016/j.tsf.2009.12.001. ISSN 00406090. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S004060900901983X>
- [22] MUSIL, J., J. BLAŽEK, P. ZEMAN, Š. PROKŠOVÁ, M. ŠAŠEK a R. ČERSTVÝ. Thermal stability of alumina thin films containing  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phase prepared by reactive magnetron sputtering. *Applied Surface Science* [online]. 2010, **257**(3), s. 1058-1062 [cit. 2015-12-12]. DOI: 10.1016/j.apsusc.2010.07.107. ISSN 01694332. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169433210010767>
- [23] ZYWITZKI, O. a G. HOETZSCH. Influence of coating parameters on the structure and properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layers reactively deposited by means of pulsed magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology* [online]. 1996, **86-87**, s. 640-647 [cit. 2015-12-12]. DOI: 10.1016/S0257-8972(96)02992-1. ISSN 02578972. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0257897296029921>
- [24] ZHAO, Li, Ma JIN, Feng XIANJIN, Du XUEJIAN, Wang WEIGUANG a Wang MINGXIAN. Effect of thermal annealing on the optical and structural properties of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films prepared on MgO substrates by MOCVD. *Ceramics International* [online]. 2016, **42**(1), s. 551-558 [cit. 2015-12-13]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2015.08.145. ISSN 02728842. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884215016715>
- [25] BALAKRISHNAN, G., R. Venkatesh BABU, K.S. SHIN a J.I. SONG. Growth of highly oriented  $\gamma$ - and  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films by pulsed laser deposition. *Optics* [online]. 2014, **56**, s. 317-321 [cit. 2015-12-13]. DOI: 10.1016/j.optlastec.2013.08.014. ISSN 00303992. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0030399213003034>

- [26] HOCHAUER, D., C. MITTERER, M. PENOY, C. MICHOTTE, H.P. MARTINZ a M. KATHREIN. Thermal stability of doped CVD  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2010, **204**(21-22), s. 3713-3722 [cit. 2015-12-14]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.04.056. ISSN 02578972. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0257897210003233>
- [27] VALI, R. a S.M. HOSSEINI. First-principles study of structural, dynamical, and dielectric properties of  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Computational Materials Science* [online]. 2004, **29**(2), s. 138-144 [cit. 2015-12-15]. DOI: 10.1016/j.commatsci.2003.06.009. ISSN 09270256. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927025603001782>
- [28] Physics in a nutshell. *Physics in a nutshell: Symmetry, crystal systems and Bravais lattices* [online]. 2015, 8.8.2015 [cit. 2015-12-15]. Dostupné z: <http://www.physics-in-a-nutshell.com/article/6#trigonal-and-triclinic>
- [29] RUPPI, S. a A. LARSSON. Chemical vapour deposition of  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Thin Solid Films* [online]. 2001, **388**(1-2), s. 50-61 [cit. 2015-12-15]. DOI: 10.1016/S0040-6090(01)00814-8. ISSN 00406090. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0040609001008148>
- [30] SOUKUP, Ladislav. *Příprava a studium transparentních oxidů s řízenými vlastnostmi pro fotovoltaické aplikace* [online]. Plzeň, 2014 [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [https://otik.uk.zcu.cz/bitstream/handle/11025/14921/Ladislav\\_Soukup\\_DP.pdf?sequence=1](https://otik.uk.zcu.cz/bitstream/handle/11025/14921/Ladislav_Soukup_DP.pdf?sequence=1). Diplomová práce. Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta elektrotechnická. Vedoucí práce Ing. Jan Očenášek, Ph.D.
- [31] ČUBOŇ, Tomáš. *Využití biomateriálů pro optoelektronické aplikace v polovodičové technice* [online]. Brno, 2015 [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=99625](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=99625). Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická. Vedoucí práce Prof. Ing. OLDŘICH ZMEŠKAL, CSc.
- [32] ANTONÍN, Kříž. *Hodnocení vlastností tenkých vrstev nitridu kovu* [online]. Plzeň [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/HODNOCENI\\_VLASTNOSTI\\_TENKYCH\\_VRSTEV\\_%20NITRIDU\\_KOVU.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/HODNOCENI_VLASTNOSTI_TENKYCH_VRSTEV_%20NITRIDU_KOVU.pdf)
- [33] NOVOTNÝ, Tomáš. *Studium mechanických vlastností tenkých vrstev* [online]. Brno, 2012 [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [http://is.muni.cz/th/211366/prif\\_m/Novotny\\_Diplomova\\_prace.pdf](http://is.muni.cz/th/211366/prif_m/Novotny_Diplomova_prace.pdf). Diplomová práce. Masarykova univerzita, přírodovědecká fakulta. Vedoucí práce RNDr. Vilma Buršíková, PhD.
- [34] ČERNÁ, Monika. *Tvrdość a mikrotvrdość pevných látek* [online]. Brno, 2011 [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [http://is.muni.cz/th/270508/pedf\\_b/bakalarska\\_prace.pdf](http://is.muni.cz/th/270508/pedf_b/bakalarska_prace.pdf). Bakalářská práce.

MASARYKOVA UNIVERZITA. Vedoucí práce Prof. RNDr. Vladislav Navrátil, CSc.

- [35] OVSÍK, Martin. *Výzkum možností nových metod měření tvrdosti polymerů* [online]. Zlín, 2013 [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [http://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/25609/ovs%C3%ADk\\_2013\\_dp.pdf?sequence=1](http://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/25609/ovs%C3%ADk_2013_dp.pdf?sequence=1). Disertační práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická. Školitel Doc. Ing. David Maňas, Ph.D.
- [36] SOSNOVÁ, Martina. *Kluzné vrstvy a metody hodnocení adhezivně-kohezivního a tribologického chování*. [online]. Plzeň, 2006 [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [http://ateam.zcu.cz/FRVS\\_zprava\\_dalsi\\_studium\\_sosnova.pdf](http://ateam.zcu.cz/FRVS_zprava_dalsi_studium_sosnova.pdf). FRVŠ. Západočeská univerzita v Plzni. Spoluřešitel Doc. Dr. Ing. Antonín Kříž.
- [37] SOFTWARE SPECTRA INC. *TFCalc: Thin Film Design Software for Windows* [online]. Verze 3.5.15. USA, 2009, 92 s. [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [http://www.sspectra.com/files/win\\_demo/manual.pdf](http://www.sspectra.com/files/win_demo/manual.pdf)
- [38] *AZO Materials: Silica* [online]. [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: <http://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=1114>
- [39] *The Engineering toolbox: Poisson's ratios metals* [online]. [cit. 2016-05-06]. Dostupné z: [http://www.engineeringtoolbox.com/metals-poissons-ratio-d\\_1268.html](http://www.engineeringtoolbox.com/metals-poissons-ratio-d_1268.html)
- [40] PFEIFFER VACUUM. *High Vacuum Laboratory System PLS 160: Operating instructions*. 1998.
- [41] ALICAT SCIENTIFIC, INCORPORATED. *Operating Manual: Precision gas mass flow controllers*. 22. vyd. Tucson, 2011.
- [42] MKS INSTRUMENTS. *MKS Baratron Typ 627D: Absolute pressure Transducer*. 7. vyd. Mnichov, 2010.
- [43] MKS INSTRUMENTS. *PR 4000B-F: 2 Channel power supply and readout for flow and pressure*. Mnichov, 2010.
- [44] ADVANCED ENERGY INDUSTRIES, INC. *User manual: Cesar generator model 136*. Muensterau, 196 s. [cit. 2015-12-10]. Dostupné z: <http://mfc.engr.arizona.edu/documents/AGS%20Manuals/Dressler%20Cesar%20136%20manual%20Rev%20Omid.pdf>
- [45] ADVANCED ENERGY INDUSTRIES, INC. *Pinnacle Plus + 5kW power supply 325VDC-800VDC: User manual*. Fort Collins, 2010, 334 s. 57000093-00B.
- [46] OLYMPUS CORPORATION. *User manual: Olympus Lext. 5.0*. Hamburg, Germany, 2007.

- [47] TAYLOR-HOBSON. *Talystep: Operating instructions*. 223-27. England, Leicester, 25 s.
- [48] GRAY, Andrea, Michelle ARCHARD a Mark WARD. *Cary 4 and Cary 5 Spectrophotometers: Operation manual*. Release 3. Austria, 1991.
- [49] HYSITRON INCORPORATED. *TI 950 triboindenter user manual*. Minneapolis, 2014, 256 s. Dostupné také z:  
<http://engineering.unl.edu/downloads/files/UserManual-HystrionTriboIndenter-sm.pdf>

# Seznam zkratek

$C_L$	Load capacity, paralelní vyrovnávací kapacita
$C_T$	Tune capacity, sériová vyrovnávací kapacita
$E$	Young modulus of elasticity, Youngův modul pružnosti
$E^*$	Efective modulus of elasticity, efektivní modul pružnosti
$f_T$	Friction, koeficient tření
$F_L$	Lateral force, laterální síla
$F_N$	Normal force, normálová síla
$h_C$	Contact depth, kontaktní hloubka
$h_N$	Normal depth, normálová hloubka
$H$	Hardness ,Tvrdost
$I_{MAG}$	Magnetron current, proud magnetronem
$n$	Refractive index, index lomu
$P_F$	Forward power, dopředný výkon
$P_R$	Reflected power, odražený výkon
$sccm$	Standart cubic centimeter per minute, standartní kubický centimetr za minutu
$T$	Transmittance, Propustnost
$U_{MAG}$	Magnetron voltage, napětí na magnetronu
$\mu$	Poisson constant, Poissonova konstanta