



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



**FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ**

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC
TECHNOLOGY

OPTIMALIZACE TENKÝCH OXIDOVÝCH VRSTEV KOVOVÝCH MATERIÁLŮ

OPTIMIZATION OF THIN FILMS OF METAL OXIDE MATERIALS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. JIŘÍ VÍTEK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. JIŘÍ ŠUBARDA

BRNO 2014



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Elektrotechnická výroba a management

Student: Bc. Jiří Vítek

ID: 119670

Ročník: 2

Akademický rok: 2013/2014

NÁZEV TÉMATU:

Optimalizace tenkých oxidových vrstev kovových materiálů

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou vytváření tenkých vrstev vakuovými technikami. Zaměřte se především na realizace vrstev vytvářených pomocí reaktivního magnetronového naprašování na vybraných substrátech. Tyto vrstvy vyhodnoťte, přičemž následně navrhnete a optimalizujete celý proces přípravy tak, aby bylo dosaženo optimálních vlastností nanesené vrstvy při dosažení vysoké čistoty a kvality povrchu vytvořené vrstvy.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího diplomové práce.

Termín zadání: 10.2.2014

Termín odevzdání: 29.5.2014

Vedoucí práce: Ing. Jiří Šubarda

Konzultanti diplomové práce:

doc. Ing. Petr Bača, 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:

Tato diplomová práce je zaměřena na popis metody reaktivního naprašování tenkých vrstev. V současné době je mnoho způsobů vytváření tenkých filmů a mnoho aplikací tenkých vrstev v nejrůznějších průmyslových odvětvích. V této práci je nejprve uvedena problematika tenkých vrstev, následuje přehled nanášecích metod a chemické analýzy nanášených vrstev. Dále je popsána čtyřbodová metoda měření plošného odporu, mechanická zkouška adheze a optických vlastností. V závěru teoretické části jsou popsána materiálová složení nanášených vrstev.

Cílem praktické části práce je optimalizovat proces depozice vrstvy smíšeného oxidu india a cínu ($\text{In}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2$) a přispět tak k celkovému porozumění vlivu žíhání na danou vrstvu. Bylo vytvořeno šest sérií vzorků s uvedenou nanášenou vrstvou. Nejdříve se zkoumal vliv žíhání na propustnost v celém měřicím rozsahu a následně se série porovnávaly vzhledem k propustnosti ve viditelné části světelného spektra. Dále se porovnávala hodnota plošného odporu u nežíhaných a následně žíhaných vzorků.

Abstract:

This thesis is focused on the description of the method of reactive sputtering of thin films. Currently, there are many ways how to create thin films and there are many applications of thin films in various industrial sectors. In this paper at the first are listed the issue of thin films, followed by an overview of the deposition techniques and of the chemical analysis of deposited thin films. It also describes the four-point measurement method of sheet resistance, mechanical test of adhesion and optical properties. At the end of the theoretical part are described the material composition of the deposited films.

The goal of the practical part is to optimize the deposition process of the mixed layer of indium tin oxide ($\text{In}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2$) and contribute to the overall understanding of the influence of annealing on the layer. There were created six series of samples with that applied layers. First, the work focused on examining of the influence of annealing on the throughput in the whole measuring range, and then comparing the series due to the transmittance in the visible light spectrum. Furthermore were compared the value of sheet resistance of unannealed and subsequently annealed samples.

Klíčová slova:

Technologie povrchových úprav materiálů, tenké vrstvy, modifikace povrchu, depozice, magnetronové naprašování, žíhání, spektroskopie, čtyřbodová metoda měření plošného odporu, ITO.

Keywords:

Surface engineering, thin films, surface modification, deposition, magnetron sputtering, annealing, spectroscopy, four-point measurement method of sheet resistance, ITO.

Bibliografická citace díla:

VÍTEK, J. *Optimalizace tenkých oxidových vrstev kovových materiálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2014. 69 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Jiří Šubarda.

Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení.

V Brně dne 26. 5. 2014

.....

Poděkování:

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Jiřímu Šubardovi za účinnou metodickou, pedagogickou, odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování práce.

V Brně dne 26. května 2014

.....

Obsah

Úvod.....	1
1. Tenké vrstvy.....	2
1.1. Charakteristika tenké vrstvy.....	2
1.2. Využití tenkých vrstev	3
1.3. Mikrostruktura tenkých vrstev.....	4
2. Předdepoziční přípravy.....	5
2.1. Druhy předdepozičních příprav.....	5
2.1.1. Depasivace.....	5
2.1.2. Odpovlakování.....	5
2.1.3. Úprava řezných hran.....	5
2.1.4. Chemické čištění.....	6
2.1.5. Iontové čištění substrátu.....	6
3. Depoziční procesy tenkých vrstev.....	7
3.1. Nevakuové metody.....	7
3.1.1. Metoda sol-gel.....	7
3.1.1.1. Metoda spin-coating.....	8
3.1.1.2. Metoda dip-coating.....	8
3.1.2. Elektrodepozice.....	9
3.2. Vakuové metody.....	11
3.2.1. Chemická depozice vrstev CVD.....	11
3.2.1.1. Princip metody CVD.....	11
3.2.1.2. Princip metody LPCVD.....	13
3.2.1.3. Princip metody APCVD.....	13
3.2.1.4. Princip metody LCVD.....	14
3.2.1.5. Princip metody HFCVD.....	14
3.2.1.6. Princip metody ALDCVD.....	15
3.2.2. Princip metody PACVD.....	15
3.2.3. Fyzikální metody depozice vrstev PVD.....	16
3.2.3.1. Princip metody PVD.....	16
3.2.3.2. Princip napařování.....	17
3.2.3.2.1. Princip reaktivního napařování.....	17
3.2.3.3. Princip napařování.....	17
3.2.3.3.1. Magnetronové napařování.....	18

3.2.3.3.2.	Reaktivní naprašování.....	19
3.2.3.3.3.	Iontová implantace	21
5.	Změna vlastností nanosené vrstvy	23
5.1.	Žíhání.....	23
6.	Analýza tenkých vrstev	24
6.1.	Chemická analýza tenkých vrstev.....	24
6.1.1.	Analýza XRD	24
6.2.	Čtyřbodová metoda měření plošného odporu.....	25
6.3.	Mřížková zkouška (ČSN EN ISO 2409).....	26
6.4.	Spektroskopie.....	27
7.	Materiály.....	29
7.1.	Směsný oxid india a cínu ($\text{In}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2$, ITO)	29
7.2.	Nitrid titanu (TiN)	29
7.3.	Nitrid mědný (Cu_3N)	29
7.4.	Křemičité sodnovápenaté sklo ($\text{Na}_2\text{O} - \text{CaO} - \text{SiO}_2$)	29
8.	Praktická část.....	30
8.1.	ITO vrstva.....	30
8.1.1.	Použitý substrát a metoda čištění.....	30
8.1.2.	Postup depozice ITO vrstvy.....	30
8.1.3.	Žíhání.....	31
8.1.4.	Optická spektroskopie	34
8.1.5.	Měření plošného odporu na neohraničené ploše	52
8.1.6.	Adhezní zkouška	61
9.	Závěr.....	62
10.	Seznam použité literatury.....	64
	Seznam symbolů, veličin a zkratk	67
11.	Přílohy.....	68
11.1.	Měněné parametry depozice a žíhání jednotlivých vzorků.....	68
11.2.	Porovnání mřížkové zkoušky	69

Seznam obrázků

Obr. 1: Srovnání tloušťky lidského vlasu a tenké vrstvy [1]	2
Obr. 2: Schéma systému tenké vrstvy a substrátu [1]	3
Obr. 3: Dopad ionizované částice a odprášení nečistot [5]	6
Obr. 4: Čtyři fáze spin-coatingu [9]	8
Obr. 5: Princip metody dip-coating [11]	9
Obr. 6: Proces elektrodepozice [12]	10
Obr. 7: Depoziční procesy a jejich teplotní náročnost [13]	11
Obr. 8: Depozice diamantové vrstvy pomocí metody CVD [14]	12
Obr. 9: Schéma přístroje pro technologii LPCVD [15]	13
Obr. 10: Schéma přístroje pro technologii APCVD [16]	13
Obr. 11: Laserem vytvářený povrch [16]	14
Obr. 12: Schéma přístroje pro technologii HFCVD [16]	15
Obr. 13: Schéma komory ALDCVD [16]	15
Obr. 14: Schéma vytváření tenké vrstvy magnetronovým naprašováním [19]	18
Obr. 15: Grafické vysvětlení Braggové rovnice [25]	24
Obr. 16: Porovnání B-B difrakční geometrie, kdy vzdálenosti ohnisko lampy - vzorek a vzorek - detektor jsou shodné (obrázek vlevo), a S-B difrakční geometrie, kdy úhel dopadu na vzorek je malý a pevný a mění se úhel odrazu a vzdálenost vzorek-detektor (obrázek vpravo) [26].	25
Obr. 17: Princip čtyřbodové metody [27].	25
Obr. 18: Elektromagnetická vlna [39].	27
Obr. 19: Část elektromagnetického spektra [38].	28
Obr. 20: Zařízení na žihání v ochranné atmosféře Ar	31
Obr. 21: Porovnání vzhledu substrátu s čistým substrátem vlevo po depozici vrstvy před žiháním	32
Obr. 22: Porovnání vzhledu po 30 min. žihání s čistým substrátem vlevo	32
Obr. 23: Porovnání vzhledu substrátu s čistým substrátem vlevo po depozici vrstvy před žiháním	33
Obr. 24: Porovnání vzhledu po 60 min. žihání s čistým substrátem vlevo	33
Obr. 25: Sestava na měření spektroskopie	34
Obr. 26: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorek označený 1.1.1.	35
Obr. 27: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.3.1 a 1.4.1.	35
Obr. 28: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.5.1. a 1.6.1.	36
Obr. 29: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.7.1. a 1.8.1.	36
Obr. 30: Vliv procesu žihání na propustnost u série vzorků označené koncovým číslem 1.	37
Obr. 31: Propustnost jednotlivých vzorků neprodleně po depozici u série označené koncovým číslem 1.	38
Obr. 32: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorek označený 1.1.2.	38
Obr. 33: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.3.2 a 1.4.2.	39
Obr. 34: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.5.2. a 1.6.2.	39

Obr. 35: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.7.2. a 1.8.2.	40
Obr. 36: Vliv procesu žíhání na propustnost u série vzorků označené koncovým číslem 2. ...	41
Obr. 37: Propustnost jednotlivých vzorků neprodleně po depozici u série označené koncovým číslem 2.	41
Obr. 38: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorek označený 1.1.3.	42
Obr. 39: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.3.3 a 1.4.3.	43
Obr. 40: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.5.3. a 1.6.3.	43
Obr. 41: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.7.3. a 1.8.3.	44
Obr. 42: Vliv procesu žíhání na propustnost u série vzorků označené koncovým číslem 3. ...	45
Obr. 43: Propustnost jednotlivých vzorků neprodleně po depozici u série označené koncovým číslem 3.	45
Obr. 44: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorek označený 1.1.4.	46
Obr. 45: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.3.4 a 1.4.4.	47
Obr. 46: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.5.4. a 1.6.4.	47
Obr. 47: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.7.4. a 1.8.4.	48
Obr. 48: Vliv procesu žíhání na propustnost u série vzorků označené koncovým číslem 4. ...	49
Obr. 49: Propustnost jednotlivých vzorků neprodleně po depozici u série označené koncovým číslem 4.	49
Obr. 50: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.1.5 a 1.2.5.	50
Obr. 51: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.1.6 a 1.2.6.	51
Obr. 52: Sestava na měření vrstveného odporu.	52
Obr. 53: Porovnání výsledků mřížkové zkoušky zleva vzorek 1.6.1. a 1.8.3.	69

Seznam tabulek

Tab. 1: Klasifikace stupnice pro mřížkovou zkoušku [32].	27
Tab. 2: Podmínky depozičního procesu	31
Tab. 3: Průměrná hodnota propustnosti ve viditelné části spektra. A) žíhané vzorky 30 minut, B) žíhané vzorky 60 minut, C) nežíhané vzorky	51
Tab. 4: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1, 1.1.1. a 1.2.1.	52
Tab. 5: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.3.1. a 1.4.1.	53
Tab. 6: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.5.1. a 1.6.1.	53
Tab. 7: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.7.1. a 1.8.1.	53
Tab. 8: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 2, 1.1.2. a 1.2.2.	54
Tab. 9: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.3.2. a 1.4.2.	54
Tab. 10: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.5.2. a 1.6.2.	55
Tab. 11: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.7.2. a 1.8.2.	55
Tab. 12: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 3, 1.1.3. a 1.2.3.	56
Tab. 13: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.3.3. a 1.4.3.	56
Tab. 14: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.5.3. a 1.6.3.	57
Tab. 15: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.7.3. a 1.8.3.	57
Tab. 16: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 4, 1.1.4. a 1.2.4.	58
Tab. 17: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.3.4. a 1.4.4.	58
Tab. 18: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.5.4. a 1.6.4.	58
Tab. 19: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.7.4. a 1.8.4.	59
Tab. 20: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.1.5. a 1.2.5.	59
Tab. 21: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.1.6. a 1.2.6.	60
Tab. 22: Jeden vzorek s každé série s nejnižší hodnotou plošného odporu	60
Tab. 23: Klasifikace adhezní zkoušky pro žíhané vzorky 60 minut, Tab. 24: Klasifikace adhezní zkoušky pro žíhané vzorky 30 minut	61

Úvod

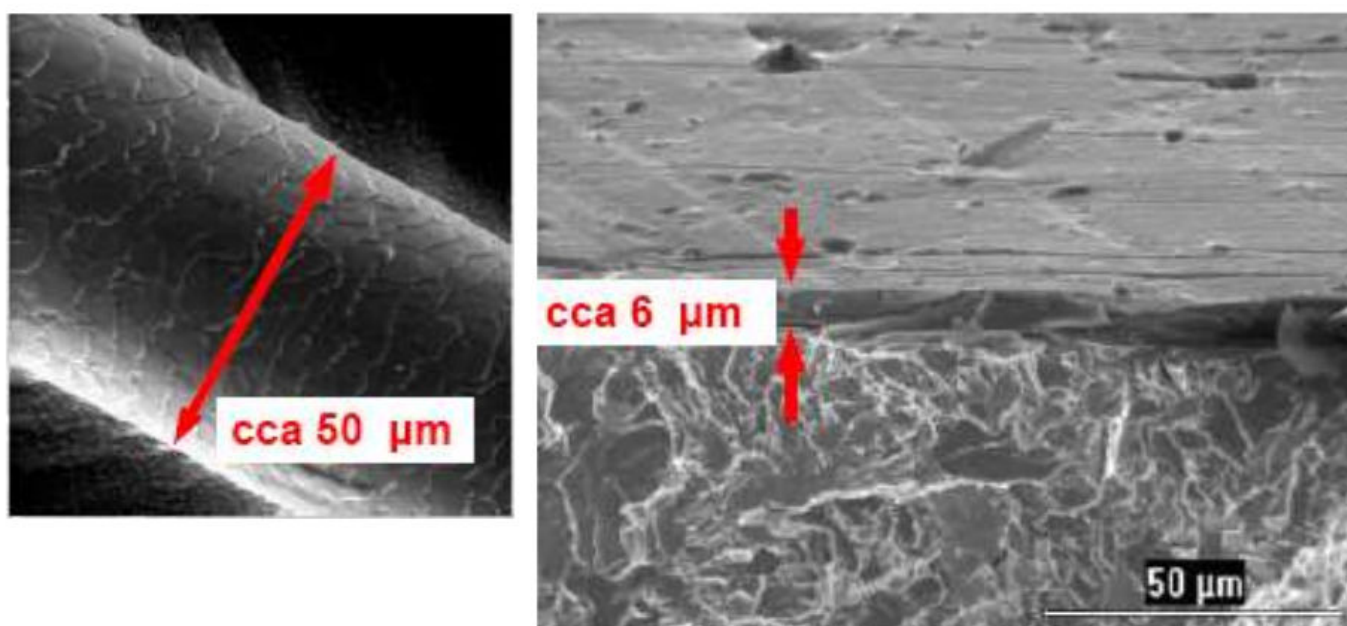
Tenkové vrstvy mají široké uplatnění v různých praktických aplikacích, např. v mikroelektronice, elektronice, optice, strojírenství, automobilovém průmyslu a medicíně. Mnohé užité vlastnosti kovů a slitin jsou určovány stavem povrchu. Během procesu mechanického i chemického namáhání se povrchové vlastnosti postupně mění, a tím dochází k ovlivnění užitečných vlastností. Samotný základní materiál je důležitým parametrem a silně ovlivňuje proces depozice tenkých vrstev i chování celého systému – tenká vrstva – substrát v provozních podmínkách. Má-li tento systém dosahovat požadovaných parametrů, musí mít obě jeho části určité specifické vlastnosti – mechanické, chemické i technologické. Stav rozhraní je jednou z určujících podmínek pro vysokou odolnost tenkých vrstev, neboť ovlivňuje adhezi k substrátu.

V praktické části práce bude zkoumáno, jak změny jednotlivých proměnných v procesu nanášení tenkých vrstev ovlivňují vlastnosti tenkých vrstev. V rámci této práce tedy budou nanášeny pomocí reaktivního magnetronového naprašování vrstvy směsného oxidu india a cínu ($\text{In}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2$, dále jen "ITO") na substrát ze sodnovápenatého skla, kdy postupně budou měněny podmínky nanášení vrstev. Pomocí spektrometrie budou proměřeny změny světelné propustnosti u všech vytvořených vzorků. Při zaměření se na část viditelného světelného spektra bude cílem nalezení vzorku s největší procentuální propustností. Dalším cílem bude sledovat, zda proces žíhání má vliv na velikost plošného odporu. Z výsledků měření určíme pro danou metodu vzorek, který má nejlepší vlastnosti tj. největší propustnost v části viditelného spektra při nejmenším plošném odporu.

1. Tenké vrstvy

1.1. Charakteristika tenké vrstvy

O tenké vrstvě můžeme hovořit, pokud se jedná o materiál o tloušťce od několika desítek nanometrů až po několik jednotek mikrometrů, který je vytvořený na základním materiálu, tj. substrátu (obr. 1). Tenké vrstvy se již řadu let používají k povrchovým úpravám různých substrátů. Dnes existují široké možnosti použití tenkých vrstev, například v elektrotechnickém průmyslu, strojírenství, energetice, dekorační technice atd. [1].



Obr. 1: Srovnání tloušťky lidského vlasu a tenké vrstvy [1]

Optické vrstvy se používají například k antireflexnímu pokrytí čoček, na interferenční filtry a k nanesení reflexních vrstev na zrcadla. Kovovými vrstvami (Al, Au, Cu) se tvoří například kontakty na polovodičích a Schottkyho diody [1].

Pro aplikace jsou velmi zajímavé i tenké vrstvy průhledné ve viditelné oblasti záření a přitom elektricky vodivé (In_2O_3 , SnO_2 , ZnO, $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$). Lze je použít k povrchové úpravě skla, či průhledných fólií jako odporové vrstvy sloužící k vyhřívání Jouleovým teplem, ke svádění nežádoucích elektrostatických nábojů z nevodivých povrchů, či jako transparentní elektrody k plochým zobrazovacím prvkům a k solárním článkům. Důležitou aplikací těchto vrstev jsou kvalitní přední elektrody v plochých displejích, přes které musí být vidět zobrazovaná informace. Takové transparentní elektrody se používají v plochých zobrazovacích prvcích založených na principu kapalných krystalů (LCD), plazmatu (PD), nebo elektroluminiscence (ELD) například v digitálních hodinkách, kalkulačkách, monitorech počítačů, měřicích přístrojích, hracích automatech atd. [2].

Deponované tenké vrstvy je třeba chápat jako systém, neboť vrstva pro svoji tloušťku dosahuje společně se substrátem specifických vlastností a chování. Samotné tenké vrstvy mají na rozdíl od objemových materiálů rozdílné vlastnosti, a to nejen z důvodů svoji tloušťky,

ale i následkem depozičních procesů, které lze označit jako nerovnovážné a iniciující vznik metastabilních fází [3].

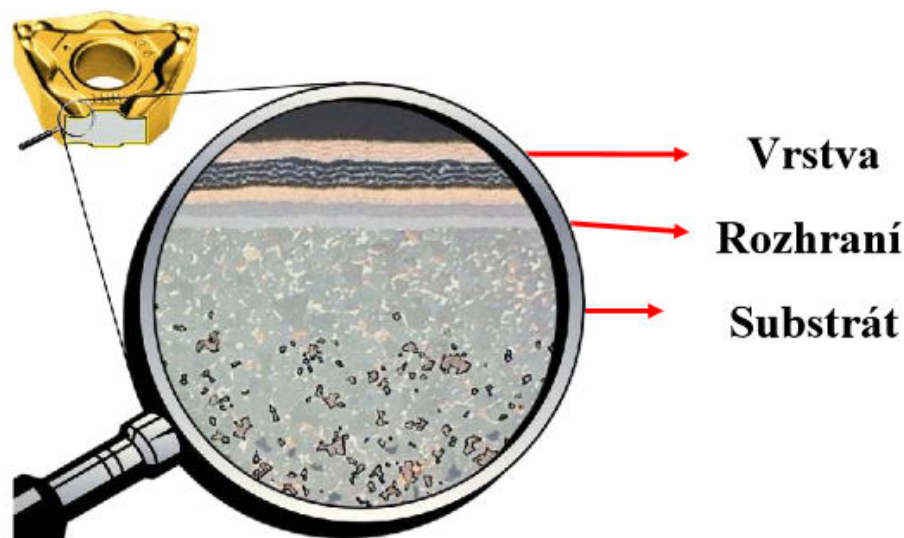
1.2. Využití tenkých vrstev

Uplatnění tenkých vrstev je v dnešní době rozmanité. Řadu let se již využívají k povrchovým úpravám různorodého materiálu. Například nanášení velmi tvrdých diamantových vrstev na řezné nástroje zvyšuje několikanásobně jejich životnost. Optické vrstvy mají využití k antireflexnímu pokryvu čoček nebo k nanesení reflexních vrstev na zrcadla. Kovové vrstvy mohou sloužit jako kontakty na polovodičích. Pro aplikace jsou velmi zajímavé i tenké vrstvy průhledné ve viditelné oblasti záření, a přitom elektricky vodivé (In_2O_3 , SnO_2 , ZnO aj.), které lze použít k povrchové úpravě skla nebo průhledných fólií jako odporové vrstvy sloužící k vyhřívání Jouleovým teplem [4].

Vlastnosti tenkých vrstev se odvíjejí z jejich mikrostruktury, resp. nanostruktury, která úzce souvisí s pohybem adsorbovaných atomů na povrchu rostoucí vrstvy. Na deponované tenké vrstvě se hodnotí především její tloušťka, homogenita, oděruvzdornost, tvrdost a pórovitost. V současné době je snaha vytvářet přesně definované složení tenkých vrstev za účelem zajištění požadovaných vlastností [4].

Pro vyhodnocení většiny zmíněných vlastností, které jsou časově i finančně náročné, je nezbytností použití speciálních zařízení a přístrojů. Nejčastěji se používají následující metody měření [4]:

- rtg difrakční analýza (**XRD** - x - ray diffraction),
- Augerova elektronová spektroskopie (**AES** - Auger Electron Spectroscopy),
- Rutherfordův zpětný rozptyl (**RBS** - Rutherford Backscattering Spectroscopy),
- řádkování transmisní a elektronová mikroskopie (**SEM** - Scanning Electron Microscopy, **TEM** - Transmission Electron Microscopy),
- rtg fotoelektronová spektroskopie (**XPS** - X - ray - Photoelectrons Spectroscopy) a další.



Obr. 2: Schéma systému tenké vrstvy a substrátu [1]

1.3. Mikrostruktura tenkých vrstev

Mikrostruktura tenkých vrstev stanovuje fyzikální vlastnosti vytvářených vrstev. Rozdílné podmínky pro vytváření tenkých vrstev ovlivňují mechanismus růstu vrstvy, který je klíčový pro jejich mikrostrukturu. Přítomnost pórů ve struktuře snižuje tvrdost vrstvy, na straně druhé zvětšují povrch materiálu. Tato skutečnost může být v některých aplikacích účinně využita (zvýšená adheze laků, další vrstvy aj.). I zvětšující se rozměry krystalitů snižují tvrdost vrstvy. Naopak velmi tvrdé vrstvy mají velice jemnou strukturu nebo strukturu s vysokou hodnotou defektů [4].

Zásadní rozdíly, odlišující tenkou vrstvu od kompaktního substrátu, jsou právě její změny v krystalové struktuře. Tenká vrstva obvykle nemá totožnou krystalovou strukturu jako stejná látka v objemové formě. Tato skutečnost souvisí s faktem, že většina metod přípravy tenkých vrstev je ve své podstatě nerovnovážná. Téměř všechny fyzikální vlastnosti jsou závislé na své krystalové struktuře látky. Hlavní faktory, které ovlivňují mikrostrukturu vytvářených vrstev jsou [4]:

- průtok pracovního plynu – argonu,
- průtok aerosolu,
- vzdálenost ústí trysky od substrátu,
- teplota substrátu,
- depoziční rychlost,
- úhel dopadu částic aerosolu na substrát,
- chemické složení vrstvy,
- drsnost povrchu substrátu,
- chemické složení substrátu,
- chemické a plazmochemické interakce na povrchu substrátu.

2. Předdepoziční přípravy

Předdepozičními procesy rozumíme veškeré procesy, kterým je substrát vystaven před depozicí tenké vrstvy, a jejichž provedení jakkoli ovlivňuje povrch substrátu. Tato ovlivnění mohou mít jak negativní, tak pozitivní charakter. Pozitivním ovlivněním se rozumí optimální očištění povrchu, modifikace za účelem dosažení optimální adheze (v systému tenká vrstva – substrát). Negativním ovlivněním se pak rozumí vesměs jakákoliv kontaminace a změna povrchu vedoucí ke ztrátě adhezních schopností. Adheze je právě tou vlastností celého systému, která je předdepozičními procesy nejvíce ovlivněna. Vedle adheze jsou to však také ostatní vlastnosti, kterými může být tenká vrstva charakterizovaná: koheze, tvrdost a další. Stav povrchu nemá totiž nevýznamný vliv na růst tenké vrstvy v průběhu depozice [5].

Přípravou povrchu rozumíme tyto procesy [6]:

- depasivace,
- odpovlakování (stripping),
- úprava řezných hran,
- chemické čištění substrátu,
- iontové čištění substrátu.

2.1. Druhy předdepozičních příprav

2.1.1. Depasivace

Depasivací rozumíme odstranění nerezové vrstvy na povrchu kovového materiálu před nanášením nové tenké vrstvy na povrch materiálu [6].

2.1.2. Odpovlakování

Odpovlakování, neboli stripping, je taková úprava, při níž odstraňujeme již dříve nanesenou starou tenkou vrstvou, abychom mohli následně nanést vrstvu novou. Povrch substrátu je nejprve tzv. odpovlakován, poté obroušen a pak je na něj nanesena nová tenká vrstva [6].

2.1.3. Úprava řezných hran

Úprava řezných hran je používána především pro materiály z oceli, či slinutého karbidu. Hrubý povrch substrátu po obroušení je uhlazován a zbavován ostrých přechodů a nerovností. Taková úprava povrchu se pohybuje v řádech 10 μm a výrazně prodlužuje životnost materiálu. Kvalita zahlazení závisí na zvolené metodě úpravy. Jednou z metod úpravy řezného povrchu je otryskávání proudem vzduchu, který s sebou unáší abrazivní částice. Abrazivními částicemi pak mohou být např. přírodní oxidy, kovové broky, struska, diamantový prášek, či syntetické částice. Další metodou je kartáčování pomocí kovových, či polymerních vláken s různou tvrdostí, která jsou impregnovaná abrazivem. Třetí metodou

je úprava pomocí gumových disků za přítomnosti abrazivního média, jako je např. vápencová kaše [6].

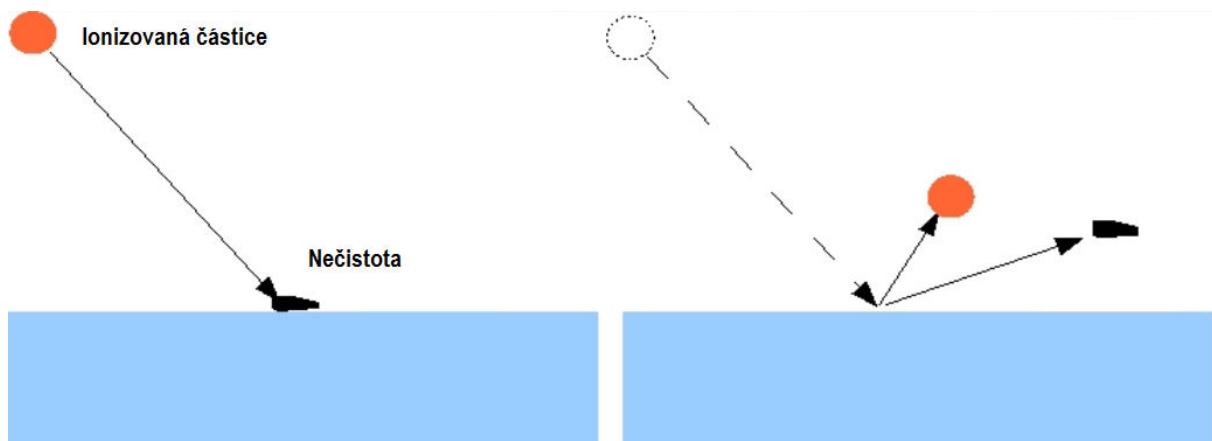
2.1.4. Chemické čištění

Chemické čištění substrátu je povrchová úprava zaměřená na odstranění nečistot, zejména organického původu, jako jsou mastnota, prach, brusivo, popř. další pevné částice na povrchu. Substrát je umístěn do čisticí lázně s kapalinou. Jako čisticí kapalina se používají alifatické (alkoholy na ropné bázi a mastné kyseliny), nebo aromatické uhlovodíky (toluol, benzol, xylol). Jiné se používají, pokud je potřeba zajistit vysokou rozpustitelnost silných nečistot. Po čištění je substrát vysušen, např. ve vakuové sušičce. Pro zlepšení efektivity procesu chemického čištění se používá ultrazvuk [6].

2.1.5. Iontové čištění substrátu

Iontové čištění (iontový bombard neboli etching) je založeno na vyrážení mikronečistot pomocí iontů dopadajících na substrát. Pomocí záporného napětí přivedeného na substrát jsou kladně elektricky nabitě ionty v jeho okolí elektrickým polem urychlovány. Urychlené ionty dopadají na povrch substrátu, čímž vyrážejí mikročástice ulpělé na povrchu. Iontové čištění má obvykle dvě fáze. Nejprve jde o čištění doutnavým výbojem, během něhož dochází k ionizaci atomů plynu, které při dopadu na substrát vyrážejí atomy nečistot. Ve druhé fázi dochází k nízkonapětovému elektrickému oblouku. Na depoziční katodě se při oblouku vytvoří katodová skvrna, která je zdrojem iontů pro další bombardování povrchu substrátu. Tímto iontovým bombardováním je povrch materiálu dočištěn [6].

Během iontového čištění může docházet k odprašování částic samotného substrátu. Nalik se částice odprašují, závisí na tvrdosti materiálu a na parametrech iontového čištění, zejména na předpětí, době trvání a na energii urychlovaných iontů. Např. při iontovém čištění slinutého karbidu jsou odprašovány částice kobaltového pojiva, což má za následek narušení povrchu a vznik trhlin [6].



Obr. 3: Dopad ionizované částice a odprašení nečistot [5]

3. Depoziční procesy tenkých vrstev

Depoziční procesy lze rozdělit do dvou základních metod, a to do nevakuových a vakuových.

Mezi nevakuové depoziční procesy patří:

- metoda sol-gel
- elektrodepozice

Vakuové techniky nanášení tenkých vrstev rozdělujeme na:

- chemické CVD (Chemical Vapor Deposition - chemické nanášení z plynné fáze)
- metoda PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition - plazmatem aktivované CVD)
- fyzikální PVD (Physical Vapor Deposition - fyzikální nanášení z plynné fáze)

3.1. Nevakuové metody

3.1.1. Metoda sol-gel

S větší poptávkou moderních technologií po skelných a keramických materiálech, ať už klasických, ale vyšší kvality, anebo zcela nových, neobvyklého složení, vedl k nutnosti hledat nové metody přípravy. Jednou z takovýchto možných nových cest je i sol-gel metoda. Stručně ji lze popsat jako nízkoteplotní způsob přípravy skelných a keramických materiálů cestou chemické polymerace. V klasickém vysokoteplotním procesu je výchozím stavem tavenina a proces směřuje k laboratorní teplotě. V sol-gel procesu je výchozím bodem vzniku struktury nejčastěji roztok organokovových látek podléhajících hydrolytickokondenzačním reakcím za pokojové, nebo jen mírně zvýšené teploty. Jestliže v prvním případě jsou hlavní faktory určující výsledek procesu (mimo složení) fyzikální povahy (teplota a čas), pak v druhém případě lze ovlivňovat strukturu prostřednictvím většího počtu chemických parametrů. Příprava tenkých vrstev metodou sol-gel je pak patrně nejdůležitějším případem jejího dosavadního aplikačního využití. Jednou z nejpoužívanějších technik pro depozici vrstev ze solu zhydrolyzovaných prekurzorů je metoda dip-coating [7].

V současné době na sebe soustřeďují největší část pozornosti metody napařování, napařování a epitaxe z kapalné fáze. Metoda sol-gel spolu s technikou dip-coating pro nanášení vrstev by mohla představovat alternativu k ostatním, převážně fyzikálním metodám [8].

Pojmem sol se označuje tekutý koloidní roztok, tedy kapalina, ve které jsou homogenní dispergované částice s koloidními rozměry. Obecně je možné soly připravit buď z hrubodisperzních suspenzí, zmenšením částic tuhé látky, nebo reakcí dvou nebo více pravých roztoků. Při přípravě sol-gelových metod se využívá druhý případ. V případě, že obsahují vodu, nazývají se hydrosoly, pokud obsahují organickou kapalinu, jedná se o organosoly. Soly jsou významnými prekurzory při přípravě mnoha důležitých látek. Při sol-gelových metodách představuje sol významný meziprodukt při přípravě gelu [7].

Gel je koloidní systém charakteru pevné fáze, ve kterém rozptýlená pevná fáze tvoří souvislou, trojrozměrnou síť, která je prostoupena další fází (obvykle kapalnou). Gel nejčastěji obsahuje malé procento rozptýlené fáze (jednotky procent) a vykazuje určitý stupeň tuhosti a pružnosti. Výchozím systémem pro přípravu solu je pravý roztok prekurzorů, který

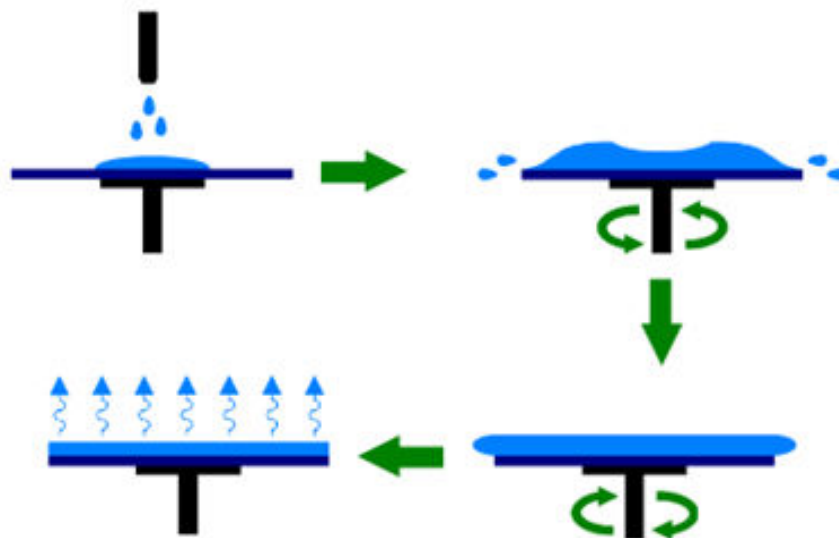
je chemickou cestou převeden v sol. Prekurzorem je zde označována v daném rozpouštědle rozpustná sloučenina [8].

3.1.1.1. Metoda spin-coating

Metodou vhodnou pro nanášení tenkých vrstev ze solu je spin-coating (SC). Typické pro tuto metodu je nakapání solu do středu substrátu a následné roztočení substrátu konstantními otáčkami. Rotace způsobí, že se sol rozptýlí k okraji substrátu, kde přebytek odteče a zanechá za sebou tenkou vrstvu. Vlastnosti výsledné vrstvy závisí především na vlastnostech solu (množství pevných částic, rychlosti usychání, povrchovém napětí, viskozitě atd.) a parametrech zvolených pro manipulaci se substrátem (odvod výparů, konečná rychlost otáčení, zrychlení atd.) [9].

Jedním z nejdůležitějších faktorů spin-coatingu je opakovatelnost. Malá změna parametrů procesu může totiž vyvolat dramatické změny vlastností vrstvy. Typický proces spin-coatingu se děje ve čtyřech krocích podle obr. 4 [9]:

1. Nakápnutí solu na substrát, které může být statické nebo dynamické.
2. Akcelerace substrátu spojená s odtokem přebytečné kapaliny.
3. Rotace konstantními otáčkami, které mají za následek ztenčení a zrovnoměnění tloušťky filmu (může být víceúrovňová).
4. Odstranění zbytků rozpouštědla, vytvrzení filmu.



Obr. 4: Čtyři fáze spin-coatingu [9]

3.1.1.2. Metoda dip-coating

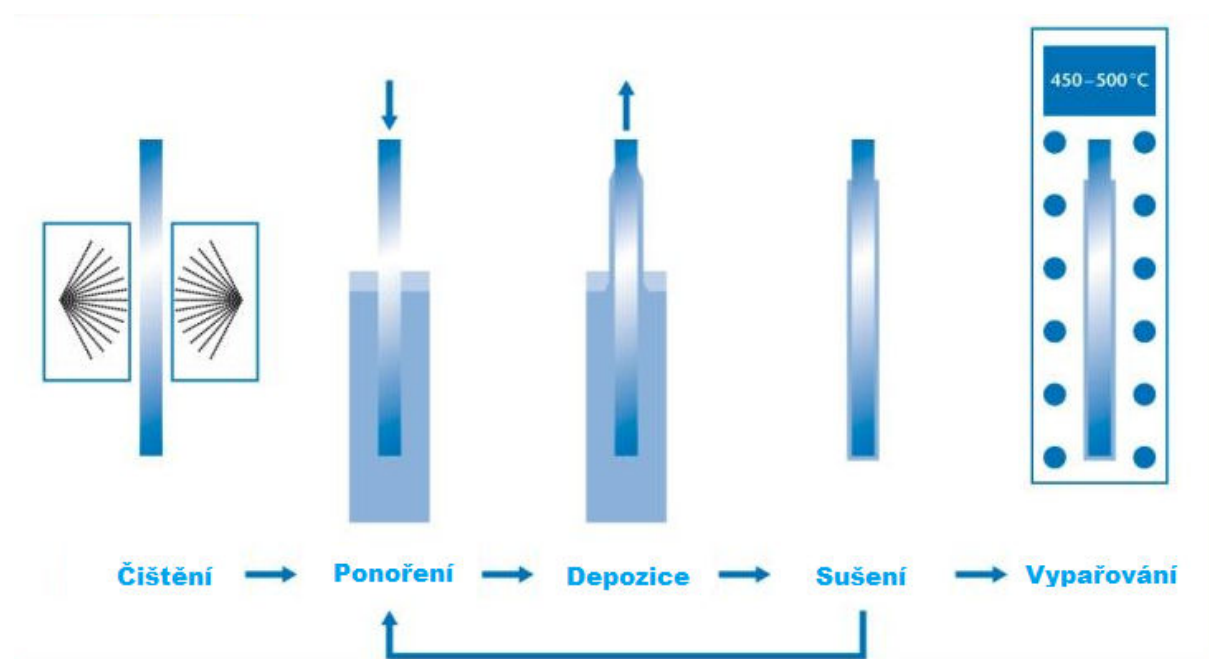
Dip-coating je další z postupů nanášení vrstev metodou sol-gel. Metoda spočívá v nanesení prekurzoru na vzorek a jeho následnému vystavení speciálním podmínkám, při kterých se na povrchu vytvoří polymerní vrstva. Jako prekurzor se používá koloidní roztok. Koloid je suspenze, v níž jsou rozptýleny drobné částice o rozměrech 1 – 1000 nm, pro něž je vliv gravitační síly zanedbatelný, naopak se projevují krátkodosahové síly, např. Van der Waalsovy, a Brownův pohyb [10].

Pokud rozptýlené částice mohou tvořit víc jak dvě vazby, mohou vznikat molekuly složené z obrovského počtu těchto rozptýlených částic. Jakmile dosáhnou takových rozměrů, že se rozprostírají přes celý objem roztoku, tak tuto vzniklou strukturu nazýváme gel. Tedy gel je substance obsahující ucelenou síť z rozptýlených částic, která obklopuje kapalnou fázi. Jsou-li řetězce polymeru spojeny kovalentními vazbami, mluvíme o polymerním gelu (polymeric gel), jsou-li řetězce jen propleteny, jedná se o želatinový gel (gelatine gel). Částečný gel (particulate gel) je stabilizován pouze van der Waalsovými silami [10].

Po nanesení gelu na vzorek se začne odpařovat jeho tekutá část. Je-li sušení prováděno za normálních podmínek, vzrůstá kapilární tlak, a dochází k poškození gelové sítě, vzniká tzv. xerogel. Ovšem je-li sušení prováděno v autoklávu za superkritických podmínek, je kontakt mezi tekutinou a párou minimální, tudíž i kapilární tlak je malý, a poškození gelové sítě je minimální, vzniká tzv. aerogel [10].

Gel je většinou i po usušení amorfni, krystalizovat začne až po zahřátí nad určitou teplotu. Nastavením experimentálních podmínek lze docílit různých unikátních struktur, např. vláknitých struktur, mikroporézních anorganických membrán a mikrostruktur [10].

Samotné nanášení prekurzoru na vzorek se provádí různými postupy, např. již zmiňovaným dip-coatingem, nebo spin-coatingem, naspřeváním atd. Metoda dip-coating spočívá v ponoření substrátu konstantní rychlostí do nádoby s roztokem prekurzoru a ve stejném plynulém vytáhnutí. Takto upravený vzorek je poté vložen do autoklávu, kde se při dané teplotě a po daný čas suší. Pak ještě může být vypálen při vyšších teplotách [10].



Obr. 5: Princip metody dip-coating [11]

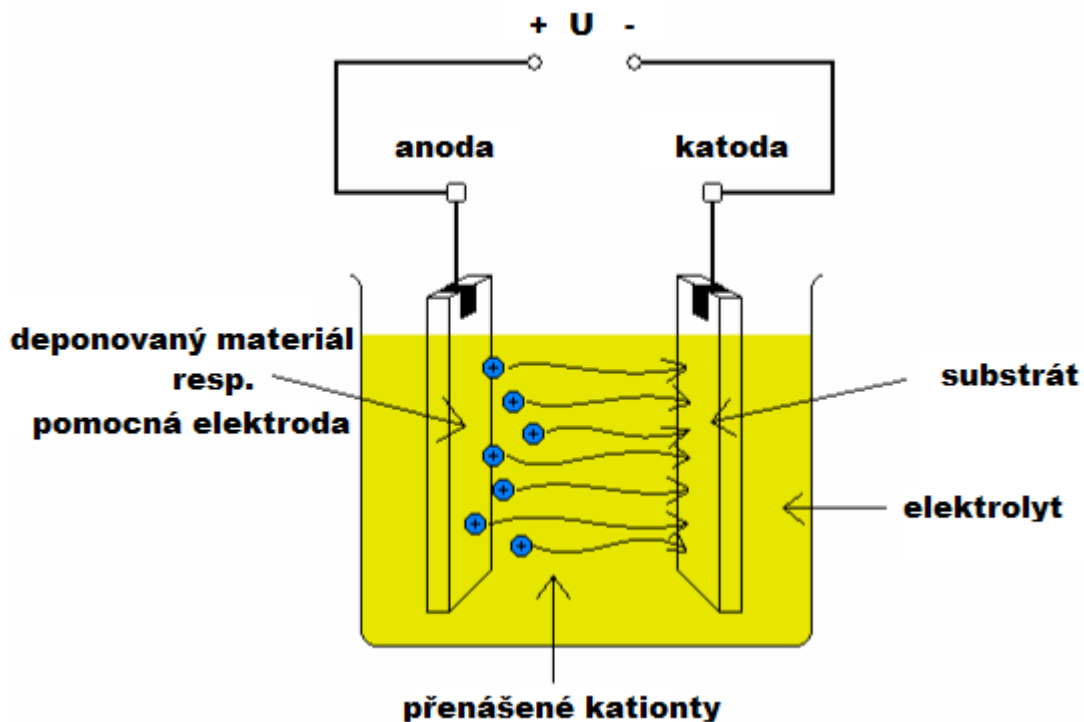
3.1.2. Elektrodepozice

Elektrodepozice je proces, při kterém se za použití elektrického proudu kationtů z požadovaného materiálu v roztoku ukládají na vodivý substrát (sklíčko s elektronovou vodivou tenkou vrstvou) žádané tenké vrstvy. Elektrodepozice je určena hlavně na deponování vrstvy materiálu požadovaných vlastností na povrch objektu, od kterého tyto vlastnosti vyžadujeme [12].

Objekt, na který se bude deponovat vrstva kovového materiálu z roztoku, je katoda.

Anodou bude kovový materiál určený k deponování. Obě části jsou ponořené v roztoku nazývaný elektrolyt. Tento elektrolyt obsahuje jeden anebo více rozpustných kovů, které zaručují jeho elektrickou vodivost. Přivedením stejnosměrného proudu na anodu se molekuly kovu oxidují a rozpouštějí v roztoku. Rozpuštěné ionty kovu se ukládají na rozhraní mezi katodou a roztokem a přichytávají se na katodu. Tyto kationty jsou nanášené na katodu takovou rychlostí, jakou se rozpouštějí na anodě, v závislosti na elektrickém proudu. Na deponování se většinou používá čistý kov, ale může být použita i vhodná slitina (např. mosaz) [12].

Kovový materiál, který se bude deponovat, může být rozpuštěný přímo v roztoku. Po přivedení proudu se bude deponovat na substrát. Jako pomocná elektroda se potom může použít jiný vhodný materiál (např. platina) [12].



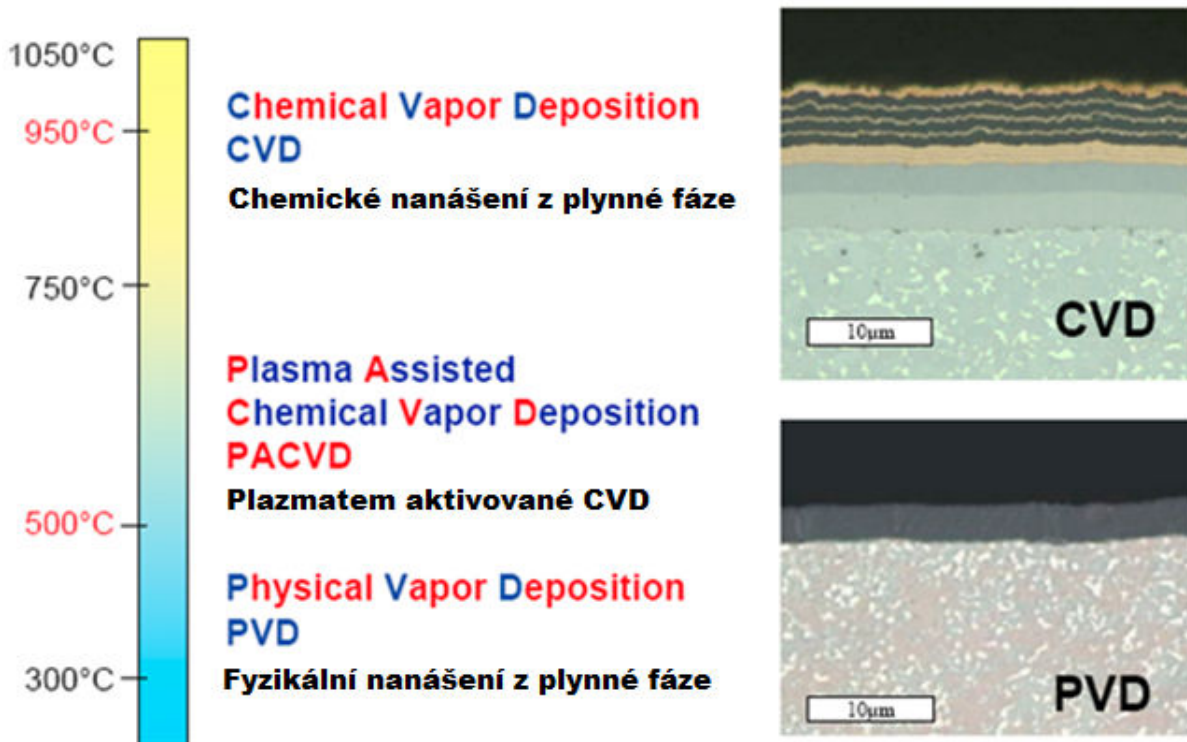
Obr. 6: Proces elektrodepozice [12]

Anoda i katoda ponořené v roztoku jsou připojené na externí zdroj stejnosměrného napětí [12].

Anoda je připojená na kladný pól a katoda je připojená na záporný pól (viz obr. 6). Proudová hustota výrazně ovlivňuje rychlost deponování, adhezi a kvalitu deponování. Může kolísat na povrchu deponovaného substrátu, takže na vnější straně povrchu bude vyšší proudová hustota, než ve vnitřní části. Čím bude vyšší proudová hustota, tím rychleji bude deponování probíhat. Jakmile proudová hustota dosáhne vysoké hodnoty, bude rychlost deponování příliš velká, zhorší se adheze a kvalita deponování. Elektrodepozice mění chemické, fyzikální a mechanické vlastnosti substrátu [12].

3.2. Vakuové metody

Pro nanášení tenkých vrstev ve vakuu bylo vytvořeno více metod. Tyto metody můžeme rozdělit do třech základních skupin podle obr. 7 [13]:



Obr. 7: Depoziční procesy a jejich teplotní náročnost [13]

- metody chemické (označované jako CVD – Chemical Vapor Deposition, neboli chemické nanášení z plynné fáze),
- metody fyzikálně chemické (označované jako PACVD – Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition neboli plazmatem aktivované CVD),
- metody fyzikální (označované jako PVD – Physical Vapor Deposition, neboli fyzikální nanášení z plynné fáze).

3.2.1. Chemická depozice vrstev CVD

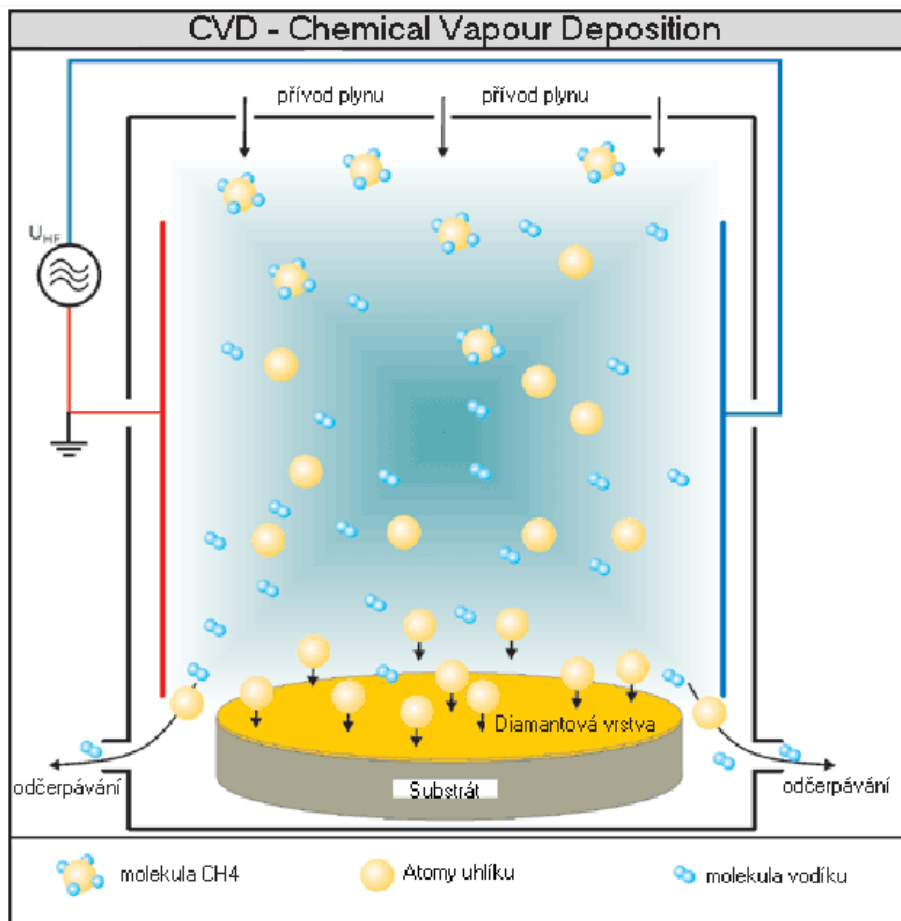
3.2.1.1. Princip metody CVD

Technologie CVD se řadí mezi nejstarší a nejlépe propracované metody, které jsou založeny na principu klasické chemické syntézy TiN vrstev z plynné fáze při teplotě okolo 1000 °C. Koncem šedesátých let byl výzkum chemické depozice TiN vrstev úspěšně ukončen, a metoda CVD začala být hojně průmyslově využívána, a to především pro povlakování rezných břitových destiček a nástrojů ze slinutých karbidů [1].

Depoziční zařízení vhodné pro vytváření tenkých vrstev metodou CVD se skládá z šesti základních částí: generátoru, systému míchání plynů, depoziční nádoby, obvodu ohřevu, čerpacího systému a systému regulace a řízení depozičního procesu. V podstatě je možné do depoziční aparatury napouštět libovolnou kombinaci plynů. Předností této depozice je vysoká teplotní stabilita vytvořených vrstev, možnost vytvářet složité vrstvy (nitridů kovů, Al_2O_3 , uhlíkových kluzných vrstev, diamantových vrstev), vysoká adheze

vrstev, odolnost proti opotřebení a rovnoměrná tloušťka u tvarově složitých nástrojů a komponentů [1].

Použití technologie CVD na vytváření tenkých vrstev je omezeno především vysokou teplotou depozičního procesu, která může způsobit degradaci základního materiálu, např. u nástrojů z rychlořezné oceli nelze metodu CVD použít. Rovněž vysoká energetická náročnost a dlouhý pracovní cyklus (8 - 10 hodin) jsou dalšími skutečnostmi pro hledání jiných způsobů depozice vrstev. V důsledku těchto skutečností jsou vrstvy CVD využívány především pro soustružení a frézování [1].



Obr. 8: Depozice diamantové vrstvy pomocí metody CVD [14]

Tenká vrstva se na povrchu substrátu vytváří v důsledku chemických procesů probíhajících v objemu plazmatu, a to přímo na rozhraní mezi plazmatem a povrchem substrátu. Reakční složky jsou přiváděny v plynné fázi, za vysokých teplot se rozkládají a vrstva vzniká na povrchu substrátu heterogenní reakcí [1].

Výhody [1]:

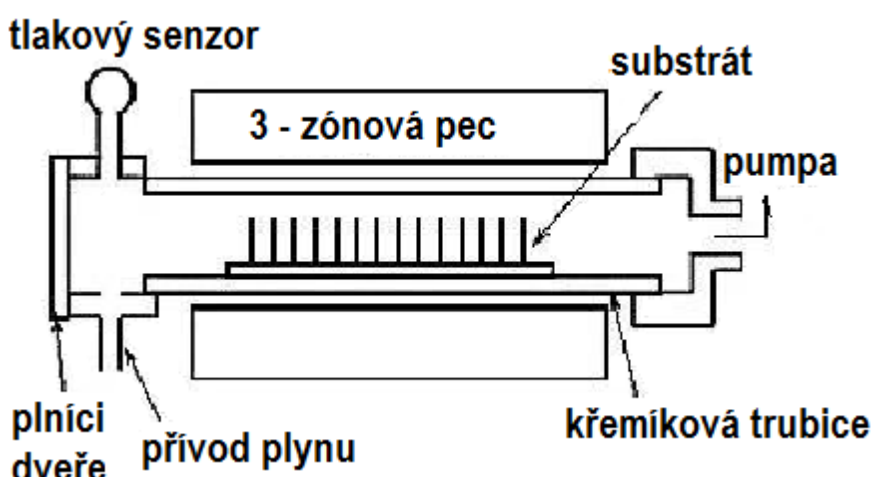
- vysoká tvrdost povlaku,
- dobrá přilnavost (není-li povlak příliš silný),
- dobrý nanášecí výkon (tj. rovnoměrnost povlaku).

Nevýhody [1]:

- vysoké teploty procesu (deformace),
- omezený výběr materiálů, které mohou být použity pro povlakování,
- ekologie.

3.2.1.2. Princip metody LPCVD

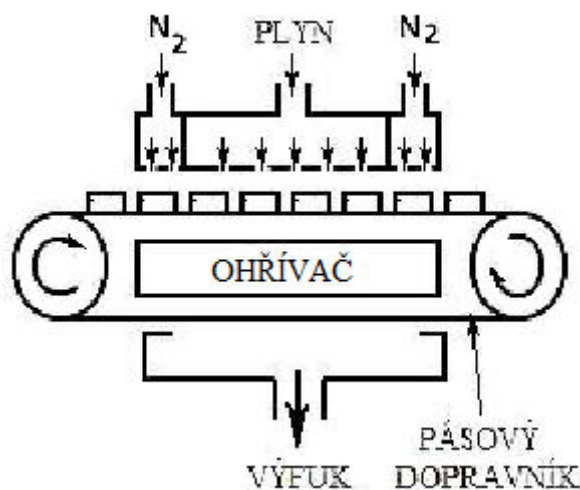
Nízkotlaká technologie CVD (low pressure CVD) používá depozici pomocí nízkotlakých reaktorů. Jedno z možných uspořádání reaktoru vypadá následovně. Třízónová pec vytápí reaktor tvořený křemíkovou trubicí. Dovnitř reaktoru je přiváděn reakční plyn o teplotě 300 až 900 °C a tlaku 30 až 250 Pa. V blízkosti substrátu v křemenném držáku jsou umístěné břitové destičky kolmé k protékajícímu plynu. Principem metody je využití větší střední volné dráhy molekul plynné fáze způsobené nižším tlakem. Výhodou této metody je stejnoměrná vytvořená tenká vrstva, kterou lze nanášet i na velké plochy a nižší potřebná teplota. Nevýhodou je však používání toxických, korozivních, či hořlavých plynů a malá nanášecí rychlost [15].



Obr. 9: Schéma přístroje pro technologii LPCVD [15]

3.2.1.3. Princip metody APCVD

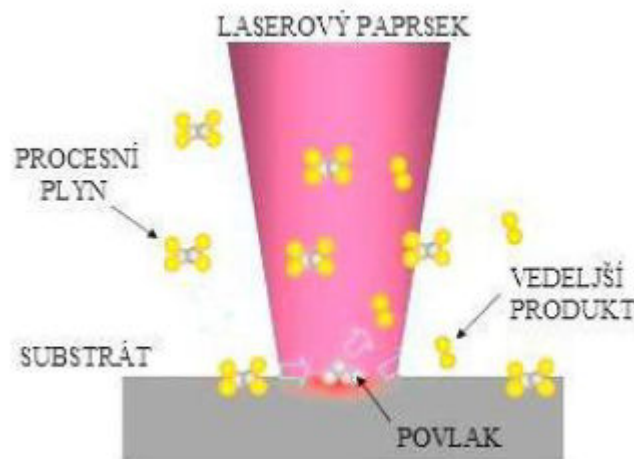
Technologie atmosférické CVD (atmosphere pressure CVD) je upravenou metodu CVD, ve které probíhá povlakování za atmosférického tlaku. Substrát se dostane do reaktoru pásovým dopravníkem. Po stranách reaktoru proudí vysokou rychlostí dusík, který tvoří tzv. plynové závěsy. Uvnitř protéká reakční plyn směrem na ohříváný substrát. Výhodou této metody je její vysoký výkon. Nevýhodou je, že reaktor se musí často pročišťovat [16].



Obr. 10: Schéma přístroje pro technologii APCVD [16]

3.2.1.4. Princip metody LCVD

Laserem indukovaná CVD (laser CVD) metoda je způsob nanášení mikročástic povlaku. K nanášení částic je využíván laserový paprsek zaměřený na substrát. Reaktor je naplněn pracovním plynem. Laserový paprsek dopadající na povrch substrátu jej lokálně zahřeje, čímž v daném místě dojde k rozpadu pracovního plynu na částice, z nichž některé jsou absorbovány do substrátu, a vytvoří tak tenkou vrstvu. Nevýhodou této metody je omezená velikost plochy lokálně ohřívaného substrátu, a to na několik mikrometrů. Aby bylo možné vytvářet souvislé povlaky, používají se dvě varianty této technologie: pyrolytická a fotolytická [16].



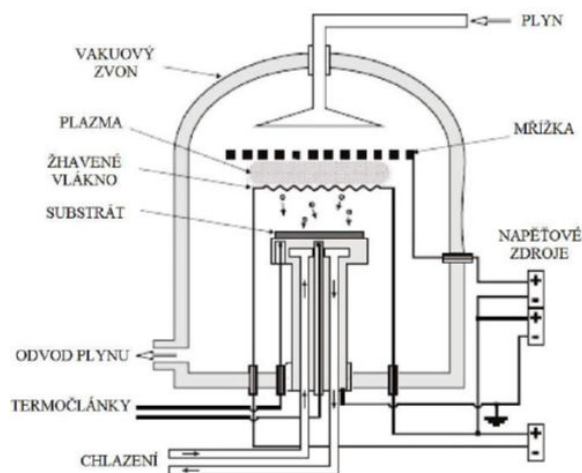
Obr. 11: Laserem vytvářený povrch [16]

Pyrolytická metoda využívá tzv. mezifázového rozhraní, ve kterém se částice plynu díky laseru rozkládají, a teprve z tohoto rozhraní jsou rozložené částice deponované na substrát [16].

Fotolytická metoda využívá fotochemických reakcí na povrchu substrátu, během nichž se molekuly plynu rozštěpí, a vytváří tenkou vrstvu na povrchu substrátu. Přestože má tenká vrstva lepší vlastnosti u pyrolytické metody, fotolytická metoda zase vyžaduje mnohem nižší teplotu substrátu [16].

3.2.1.5. Princip metody HFCVD

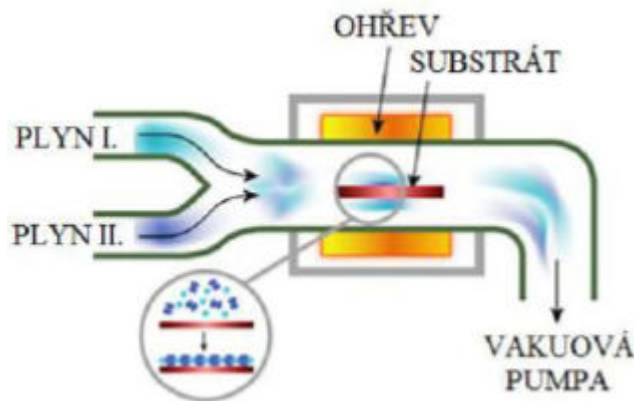
Žhavicí CVD (Hot filament CVD) je depozice CVD vylepšená žhavicím wolframovým vláknem umístěným ve vakuové komoře v blízkosti substrátu (asi 8 cm). Vláknem je rozžhaveno na teplotu až 2400 °C. Pracovní plyn, na jehož úplné rozložení potřebujeme vysokou teplotu, je vpravován do komory na žhavicí vlákno přes mřížku zajišťující jeho rovnoměrné rozložení. Tlak je udržován v rozmezí 1000 až 5000 Pa. Pod žhavicím vláknem se nachází substrát v chlazeném držáku. K urychlení celého procesu depozice je možné navíc připojit napětí mezi vlákno a substrát, a pak mezi vlákno a mřížku. Žhavicí vlákna se vyrábějí z materiálů o vysoké teplotě tání, které nereagují s přítomnými plyny. Touto metodou lze docílit rychlejší depozice než u konvenční metody CVD, nevýhodou je však omezený výběr reaktivních plynů kvůli žhavicímu vláknem citlivému na oxidační a korozivní plyny. Touto metodou se nanáší obvykle diamantové povlaky [16].



Obr. 12: Schéma přístroje pro technologii HFCVD [16]

3.2.1.6. Princip metody ALDCVD

Atomová depozice (atomic layer deposition CVD) je poměrně nová technologie CVD umožňující nanášení multivrstvy. Metoda je založena na chemických reakcích z plynné fáze. Pomocí postupného pulzování pracovních plynů se postupně vytváří jedna vrstva za druhou. Pracovní teplota se pohybuje od 100 °C do 400 °C. Nejprve zavedeme do komory první pracovní plyn, který na substrátu vytvoří tenkou vrstvu o tloušťce jednoho atomu. Pak se do komory vpustí druhý pracovní plyn, který začne chemicky reagovat s vytvořenou tenkou vrstvou, a vytvoří se tak hotová jedna celá monovrstva požadovaného složení. Každý cyklus skládající se z těchto dvou plynových impulzů vytvoří právě jednu takovou vrstvu. Multivrstvy pak vytváříme opakováním těchto cyklů [16].



Obr. 13: Schéma komory ALDCVD [16]

3.2.2. Princip metody PACVD

Nejmladší z metod depozice tenkých vrstev je PACVD, konkrétně technologie plazmové tužky a multitryskových systémů. Plazmochemické metody byly poprvé použity v 80. letech minulého století ve strojním průmyslu řezných a obráběcích strojů [4].

Rozvoj fyzikálně chemických metod a především rozvoj pro depozici tenkých strukturovaných vrstev byl iniciován naléhavou potřebou snížit teplotu předmětů při vytváření vrstev chemickou syntézou, tj. metodou CVD. Technologie plazmové tužky

a multitryskových systémů takovou možnost nabízejí při průběhu chemické reakce v plazmatu v ionizovaném prostředí [4].

Metody PACVD jsou založeny na principu plazmochemických reakcí, které vytvářejí na povrchu substrátu vrstvu charakteristického složení. Při aktivaci pracovního plynu (směsi) plazmatem, kdy plazma je v přímém kontaktu s povrchem předmětu, dochází i k přenosu části energie z plazmatu. Tento jev způsobuje excitaci molekul na povrchu substrátu eventuálně slouží i k rozrušení některých chemických vazeb, a povrch předmětu se stává vysoce reaktivní a dobře přístupný pro kompozice pracovních příměsí a prekurzorů. Hlavními přednostmi tohoto typu nanášení vrstev jsou významně nižší depoziční teploty a přesnost depozice. Technologie plazmové tužky a multitryskových systémů navíc umožňuje použití této metody i u nerovnoměrných ploch jako jsou dutiny a drážky [4].

Vznik tenké vrstvy a její vlastnosti jsou ovlivněny nejen reaktivitou samotného povrchu při působení plazmového výboje, ale i vlastním výběrem pracovního plynu, prekurzorů a nastavením jejich depozičních podmínek [4].

V důsledku značné složitosti teoretického popisu procesů probíhajících při interakci plazmatu s povrchy materiálu se nabízí řada otázek, zvláště při změnách konstrukčně depozičních zařízení a řízení technologických procesů. Reprodukovatelnost technologických procesů je závislá na přesné kontrole a regulaci velkého množství na sebe navzájem působících parametrů (pracovní plyn, prekurzor, příměsí, průtoky, rychlost depozice, výška, výkon atd.) [4].

Přes dosažení značných úspěchů v oblasti rozvoje technologie depozice tenkých vrstev jsme stále v začátcích. Tento stav souvisí především s tím, že ve většině případů není známa fyzikálně chemická podstata plazmatických procesů, na nichž jsou založeny nové technologické postupy. Proto je nutností provádět experimentální fázi výzkumu systematicky. Původními materiály pro depozici tenkých vrstev byly sloučeniny titanu, hlavně oxidy, karbidy a nitridy. V dnešní době se k nim řadí další prvky a jejich sloučeniny. Nejlepší vlastnosti vykazují sloučeniny zirkonia, křemíku a oxidy hliníku. Sloučeniny zirkonia byly testovány i technologií plazmové tužky [4].

3.2.3. Fyzikální metody depozice vrstev PVD

3.2.3.1. Princip metody PVD

Technologie PVD mohou být použity pro vytváření tenkých vrstev nejen na nástrojích z rychlořezné oceli, součástkách z hliníku a plastu, ale i na velmi tenkých, pouze několik mikrometrů silných fóliích z PP, PE a dalších materiálů bez jejich tepelné degradace během depozice vrstev [17].

PVD proces se uskutečňuje v prostředí při teplotách mezi 150 °C – 500 °C [1]. Tlak uvnitř reakční komory je přesně kontrolován v rozmezí 0,1 – 1 Pa. Prostředí je složeno ze směsi reaktantu plynu, např. dusíku, metanu, nebo etanu, a diletantu (pomocný plyn), např. argon. Celý proces depozice lze rozdělit do třech na sebe navazujících kroků [17]:

- převedení materiálu do plynné fáze,
- transport par ze zdroje k substrátu,
- vytváření vrstvy na povrchu substrátu.

Výhody [1]:

- výborná kontrola při procesu,
- nízké teploty depozice,
- husté, přilnavé nátěry,
- širší výběr materiálu.

Nevýhody [17]:

- finanční náročnost (vakuové procesy),
- relativně nízká míra povlaku.

PVD technologie se dělí podle převedení pevné fáze do plynné:

- napařování - vysokoteplotní odpaření ve vakuu,
- naprašování - nanášený materiál je zapojený jako katoda a jeho povrch je bombardován ionty pracovního plynu. Atomy z povrchu nanášeného materiálu jsou takto odprašovány a vytvářejí povlak na substrátu.

3.2.3.2. Princip napařování

Klasické napařování je metoda, při které se nanášený materiál (terč) uvede do plynného stavu ve vakuu dodáním tepla. Tento odpařovaný materiál je umístěn přímo pod substrátem. Přímocharým pohybem se molekuly plynu dostanou na povrch substrátu, na němž kondenzují, čímž vytvoří tenkou vrstvu. Přeměnu materiálu do plynného stavu lze docílit odporovým, či indukčním ohřevem, obloukovým výbojem, elektronovým dělem, nebo laserovým svazkem [18].

3.2.3.2.1. Princip reaktivního napařování

Principem reaktivního napařování je odpařování materiálu (terče, targetu) ve vakuu a následné kondenzaci jeho par na substrátu. Tento terč se nachází ve spodní části zařízení, protože je v roztaveném stavu (obr. 14) [19].

Odpařování materiálu z terče lze provádět následujícími způsoby [19]:

- elektronovým svazkem,
- obloukovým výbojem,
- pomocí laseru.

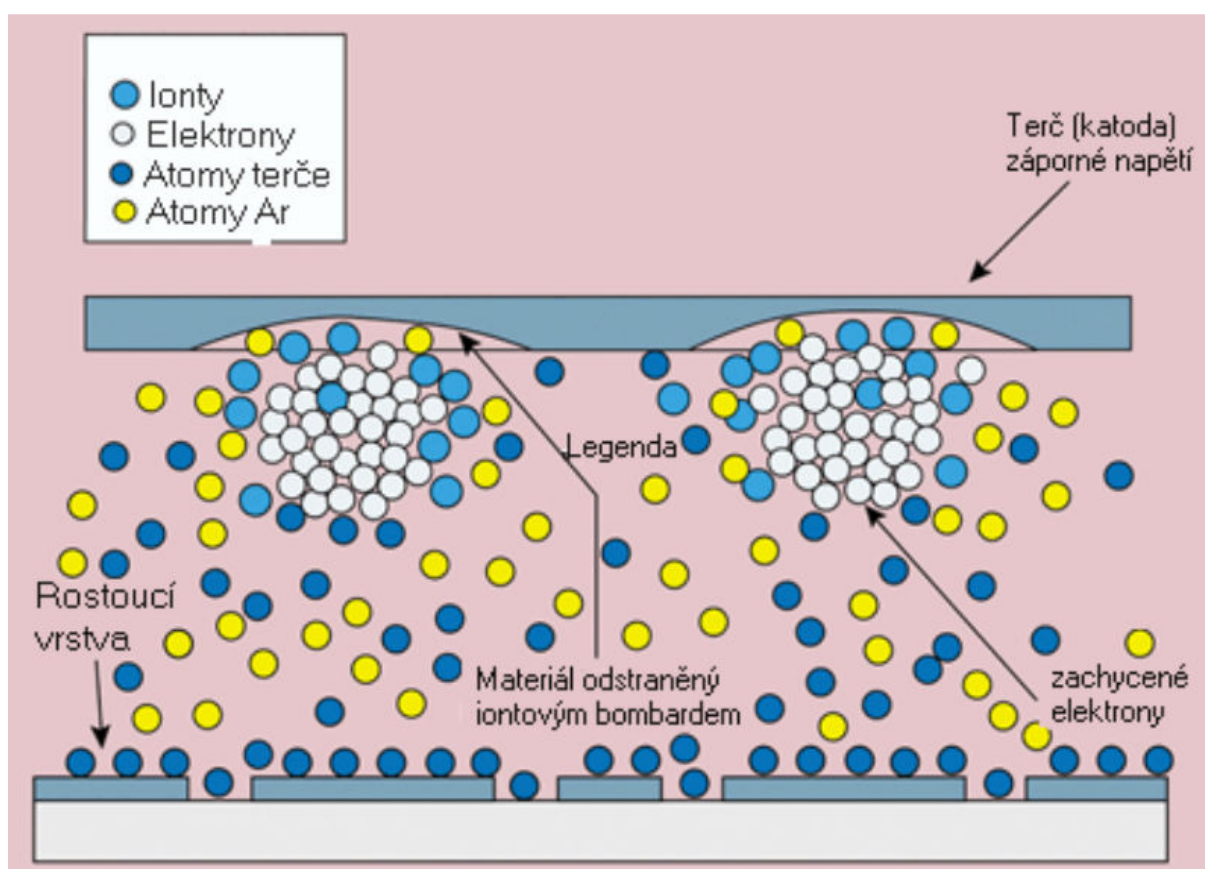
3.2.3.3. Princip naprašování

Metoda naprašování se využívá zejména pro nanášení tenkých vrstev z materiálů o vysoké teplotě tání. K nanášení totiž není třeba dosahovat vysokých teplot nanášeného materiálu. Naprašovací aparatura se skládá z katody, kterou tvoří materiál určený k nanášení (terč), odprašovacího pracovního plynu, vakuové komory, substrátu a zdroje energie [18].

Rozlišujeme několik technologií naprašování podle toho, jakým způsobem a za jakých podmínek se dosahuje samotného naprašování, popř. zda se využívá dalších zařízení pro zkvalitnění procesu, jako např. magnetického pole [18].

3.2.3.3.1. Magnetronové naprašování

Magnetron je složený z pracovní desky, na kterém je položený terč (katoda), a magnetů, které jsou umístěny pod touto pracovní deskou a které vytvářejí magnetickou klec pro nabitě částice. Vnější magnet ve tvaru prstence obepíná malý válcový magnet tak, aby magnetické póly obou magnetů na straně terče byly rozdílné. V magnetronu je tedy paralelně k ploše terče a kolmo k elektrickému poli aplikované magnetické pole. Takové prodloužení dráhy elektronů v plazmě zvyšuje pravděpodobnost jejich srážky s částicemi pracovního plynu. Zvyšuje se celková hustota plazmy, protože elektrony způsobují efektivnější ionizaci atomů plynu, a tím zvyšují proud iontů na katodu. Zvýšení iontového proudu na katodu zvyšuje odprašovací rychlost materiálu z povrchu terče, čímž se zefektivňuje celý depoziční proces. Zařízení je vybaveno chladicím systémem (většinou je chladicím médiem voda), protože naprašování způsobuje ohřev terče, a proto je třeba terč během tohoto procesu chladit [20].



Obr. 14: Schéma vytváření tenké vrstvy magnetronovým naprašováním [19]

Magnetronové naprašování je založeno na tom, že po přidání magnetického pole začne na elektrony během naprašování působit kromě Coulombovy síly, navíc i síla Lorentzova tak, že platí [21]:

$$F = -e(E + v \cdot B) = m_e \frac{dv}{dt}, \quad (1)$$

kde:

F – síla,

e – náboj,

E – intenzita elektrického pole,

v – rychlost,

B – magnetická indukce,

m_e – hmotnost elektronu,

t – čas.

V magnetronovém naprašování lze magnetickým polem soustředit pohyb elektronů na určitou oblast, ve které bude docházet k největší ionizaci, a tím k silnému rozprašování terče [21].

Výhody magnetronového naprašování [22]:

- jednoduchá depozice materiálů i z těžkovitelných látek,
- rychlost naprašování,
- ve vytvořené vrstvě se zachovává složení slitinového terče ve stejném poměru jednotlivých složek,
- možnost homogenního nanášení tenké vrstvy i na rozsáhlých plochách substrátu.

3.2.3.3.2. Reaktivní naprašování

Během naprašování je nanášený materiál, připojený na katodu, postupně rozprašován energetickými ionty, které vyraží jeho atomy do okolního pracovního plynu. Vyražené atomy pak v pracovním plynu často samy ionizují a dopadají na substrát, kde kondenzují a vytváří tenkou vrstvu. Pracovní plyn tvořící plazmu může být buď inertní, nebo reaktivní. V případě použití inertního plynu (obvykle se používá argon) nedochází k chemickým reakcím s deponovaným materiálem a tenká vrstva má stejné složení jako nanášený materiál (nereaktivní naprašování). Pokud použijeme reaktivní pracovní plyn (resp. směs inertního a reaktivního plynu), dojde během depozice k různým chemickým reakcím, čímž vznikají sloučeniny tvořící tenkou vrstvu na substrátu (reaktivní naprašování) [19].

Při reaktivním magnetronovém naprašování je do pracovní komory přidáván kromě inertního plynu (většinou Ar), ve kterém výboj hoří, i reaktivní plyn (např. O₂, N₂). S ním mohou odprašované atomy reagovat a tvořit tak na substrátu oxidovou, nitridovou, či jinou vrstvu. Magnetronovým naprašováním lze vytvořit i multivrstvy. Toho lze docílit např. umístěním více terčů do komory a jejich střídavým odkrýváním, nebo pomocí připouštění různých reaktivních plynů. Dále lze deponovat i dielektrické vrstvy, a to pokud místo stejnosměrného zdroje napětí použijeme vysokofrekvenční generátor, nebo pulzní zdroj [23].

Pokud nechceme deponovat pouze kovové vrstvy, ale třeba už zmíněné oxidové, či nitridové vrstvy, můžeme příslušný plyn připouštět přímo do reaktoru. Ten reaguje zejména v objemu s odprašovanými atomy terče a rostoucí vrstva obsahuje příslušné sloučeniny. Při reaktivním magnetronovém naprašování se ovšem reaktivní plyn nespotřebovává pouze na tvorbu vrstvy vznikající na substrátu a na stěnách magnetronu, ale reaguje i s kovovým terčem, na kterém se také tvoří oxidový, či jiný film. Plocha terče, která je jím pokryta, se hůře odprašuje, což vede ke snížení počtu odprašených atomů terče v objemu. To sníží spotřebu reaktivního plynu tvorbou vrstvy, a tím se jeho množství v objemu nutně zvýší. Proces pokrývání terče vrstvou sloučeniny se sám urychluje, a ve výsledku tato vrstva pokryje celý terč [23].

Ovšem pokud na začátku procesu od nuly postupně zvyšujeme průtok reaktivního plynu, tak je nejprve prakticky veškerý plyn zabudován do vznikající vrstvy a žádné výrazné změny v procesu nezjistíme. Na terči se ustanoví dynamická rovnováha mezi růstem zreagované části terče a jejím úbytkem odprašováním. Změna nastane v situaci, kdy překročíme kritickou hodnotu průtoku, jejíž hodnota je závislá na aktuálních podmínkách. Rostoucí vrstva už nedokáže absorbovat větší množství reaktivního plynu, a ten se v objemu prudce zvýší. Při překročení této mezní hodnoty se velmi rychle celý terč pokryje příslušnou sloučeninou, tzv. otráví targetu, a depoziční rychlost klesne na minimum, v důsledku snížené výtěžnosti rozprašování [23].

Vzhledem k existenci této hranice mezi dvěma různými stavy systému rozlišujeme mezi tzv. kovovým a otráveným módem. V kovovém módu se proces nachází, dokud se jeho chování podobá naprašování bez přítomnosti reaktivního plynu, tedy pod hraničním průtokem reaktivního plynu. Kovový mód je charakteristický vysokou depoziční rychlostí, protože v tomto režimu reaktivní plyn nezpůsobuje výrazné změny na terči. Spouštěcím momentem pro přechod systému do otráveného módu je již zmíněný přebytek reaktivního plynu v komoře, který začne významně ovlivňovat terč. Pro otrávený mód procesu je typický pokles depoziční rychlosti způsobený razantním snížením množství odprášených atomů z terče. Dalšími projevy způsobenými akumulací reaktivního plynu jsou prudký růst pracovního tlaku, může růst i napětí na terči a pokles intenzity spektrálních čar odprašovaných atomů ve spektru výboje [23].

Otrávený mód je nežádoucí nejen pro nízkou depoziční rychlost, ale i pro úsilí, které musíme vynaložit, abychom se dostali zpět do kovového módu. Pokud se chceme dostat do pracovního bodu před tímto přechodem do otráveného módu, nestačí snížit tok reaktivního plynu na hodnotu odpovídající přechodu z kovového do otráveného módu. Při snižování průtoku reaktivního plynu má totiž systém určitou setrvačnost a ve výsledku se nachází v otráveném módu i pro ty hodnoty průtoku reaktivního plynu, při kterých se při jeho zvyšování nacházel ještě v módu kovovém. To plyne ze schopnosti rostoucí vrstvy vázat při kovovém módu velké množství reaktivního plynu až zhruba do bodu přeskočení, kde je tato absorpční kapacita zcela využita, a následnému propadu spotřeby reaktivního plynu v otráveném módu. Vzhledem k jisté symetrii situace lze při postupném snižování toku reaktivního plynu očekávat také přeskok z otráveného do kovového módu, který tu skutečně je. Nastane ve chvíli, kdy snížíme průtok reaktivního plynu pod množství, které i pomalu rostoucí vrstva dokáže pohltit. Zbytek spotřeby se dotuje z pracovního plynu v objemu a množství reaktivního plynu v něm klesá. S tím se mírně posune rovnováha na terči ve prospěch kovové části, vzroste výtěžnost, množství odprášených atomů a s tím i rychlost depoziční a spotřeba reaktivního plynu, kterou je nutno pokrýt opět z objemu. Při čištění terče se do objemu uvolňuje i reaktivní plyn z ustupující vrstvy na terči, který sice působí proti této změně, ale pouze ji zpomaluje [23].

Tedy naprašování probíhá v přítomnosti plazmatu [21]:

- buď inertního plynu (chemicky nereaguje s látkou povlaku – obvykle se používá Argon) – depoziční vrstev stejného složení jako má rozprašovaný terč,
- nebo směsi inertního a reaktivního plynu – reaktivní depoziční vrstev různých chemických sloučenin.

Chemické sloučeniny, které lze během reaktivního naprašování vytvářet, jsou oxidy (Al_2O_3 , In_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , Ta_2O_5), nitridy (TaN, TiN), karbidy (metan, TiC, SiC), sulfidy, nebo oxykarbidy a oxynitridy prvků Ti, Ta, Al a Si. Deponovaný materiál (většinou čistý kov) může s reaktivním prvkem vytvořit jednu z výše uvedených sloučenin, nebo bude reaktivním prvkem pouze dopovaný (např. $\text{TaN}_{0,01}$). Popřípadě může být výsledná tenká vrstva směsí obojího [21].

Reaktivní naprašování má tedy veliké spektrum naprašovatelných materiálů i různých druhů reaktivních plynů. To skýtá mnoho aplikací v různých oborech [24]:

- mikroelektronika (vodivé, polovodivé i izolační vrstvy),
- magnetická a optická záznamová média (magnetické, reflexní, semireflexní a fázově citlivé vrstvy),
- LCD (vodivé, polovodivé i izolační vrstvy),
- optické přístroje a stavební sklo (reflexní vrstvy, optické filtry),

- obráběcí nástroje (extrémně tvrdé, tepelně odolné povlaky s nízkým třením a dobrým odvodem tepla),
- kluzné díly (s minimálním třením a otěrem, typicky pro motory),
- implantáty a chirurgické nástroje (tvrdé, chemicky odolné, bioaktivní povlaky),
- domovní vybavení a bižuterie aj. (tvrdé, barevně stálé povlaky v široké škále barevných odstínů).

Je otázkou, zda není lepší místo terče z čistého kovu, který má během naprašování ještě chemicky reagovat s přítomným plynem, vytvořit terč v podobě hotové sloučeniny, která má tvořit tenkou vrstvu, a teprve potom rovnou bez chemických reakcí jej rozprašovat na substrát. O tom, která z možností je výhodnější, rozhoduje několik faktorů. Např. je mnohem technologicky jednodušší vyrábět terče z vysoce čistých kovů, stejně tak jsou čisté reaktivní plyny komerčně snadno dostupné. Chemická čistota vrstev vzniklých reaktivním naprašováním čistě kovových terčů je lepší. Dalším faktorem je možnost ovlivňovat složení a tedy i vlastnosti vytvářených vrstev změnou parametrů reaktivního naprašování, čímž lze vyrábět např. rezistory v širokém rozpětí hodnot. Oproti tomu je depoziční rychlost terčů z čistých kovů závislá na tlaku reaktivního plynu. Při vysokém tlaku může dojít až téměř k zastavení nanášecího procesu z důvodu otravy terče, jenž se musí vyčistit rozprašováním v čistém inertním plynu [21].

Výhody naprašování proti napařování jsou [19]:

- poměrně přesné přenesení složení slinutého terče do naprašované vrstvy,
- homogenní depozice vrstev,
- nepřítomnost mikročástic deponovaného kovu.

3.2.3.3.3. Iontová implantace

Iontová implantace je hybridní PVD proces povlakování, u kterého je povrch substrátu, nebo deponovaný povlak bombardován svazkem částic s vysokou energií. Zdrojem deponovaných složek může být odpařování, odprašování, plyny, nebo páry. Protože je mezi substrátem (katoda, záporný potenciál) a zdrojem odpařovaného materiálu (terčem) vytvořeno silné elektrické pole (50 ~ 1000 V), dochází k elektrickému výboji v plynné atmosféře, který ionizuje částice plynu, i odpařené částice terče. Reakcí iontů vzniká povlak, který se usazuje na povrchu substrátu [18].

Atomy látky, určené k vytvoření povlaku, jsou z povrchu terče odprašovány pomocí urychlených iontů, ionty z plazmy současně dopadají i na povlakovaný předmět (jejich energie je určena elektrickým napětím U_b , přiváděným na povlakovaný předmět). Tím lze provést iontové čištění povrchu substrátu před depozicí povlaku ($U_b = -1000$ V) a z rostoucí vrstvy povlaku odstranit hůře vázané atomy ($U_b = -50$ až -100 V). Dopad iontů během nanášení výrazně ovlivňuje vlastnosti vzniklého povlaku (např. tvrdost, vnitřní napětí, adhezi k substrátu) a umožňuje vznik sloučenin při teplotách podstatně nižších, než jsou teploty nutné pro rovnovážné chemické reakce. Naprašováním Ti v prostředí N_2 (O_2 , CH_4) lze tak například nanášet povlak TiN (TiO_2 , TiC) již při teplotách 200 ÷ 450 °C [18].

Iontovou implantací je možno nanášet povlaky rozmanitého složení s vynikajícími mechanickými vlastnostmi i na tepelně zušlechtnuté materiály, nebo dokonce na plasty. V důsledku plazmaticky aktivovaného procesu dochází ke zvýšení podílu iontů v toku materiálu a s ním spojenou vyšší energií částic, což přináší zejména tyto výhody [18]:

- přivedení velkého množství energie do povrchu rostoucího povlaku,
- odstranění kontaminované vrstvy na povrchu substrátu bombardováním částicemi s vysokou energií,
- přesně definované chemické složení povlaku,
- rovnoměrný průběh procesu a s ním spojený dokonalý růst vrstvy povlaku,
- pro zlepšení vlastností povlaku (chemické složení, adheze, hustota, zbytková napětí) lze použít řízené bombardování,
- vlastnosti povlaku jsou méně závislé na úhlu dopadu toku deponovaného materiálu, než je tomu u naprašování a napařování
- vynikající adheze povlaku k podkladu,
- vysoká hustota povlaku,
- možnost snížení teploty substrátu pod 160 °C.

Nevýhody iontové implantace [18]:

- je třeba řídit mnoho procesních parametrů,
- je často obtížné docílit rovnoměrné bombardování celého povrchu substrátu (nutné pro vytvoření požadovaných vlastností povlaku po celé ploše),
- může dojít k nadměrnému ohřevu substrátu,
- za určitých podmínek mohou bombardující plyny zůstat zachyceny v rostoucím povlaku,
- za určitých podmínek může být v povlaku vytvořeno nadměrné tlakové zbytkové napětí.

5. Změna vlastností nanosené vrstvy

5.1. Žihání

Proces žihání lze charakterizovat jako dvoufázový. V jedné fázi probíhá rekrytalizace původně amorfni vrstvy, tímto způsobem se zvyšuje stupeň uspořádání. Současne probíhá i difúze přebytečných kyslíkových atomů. Během žihání ve vakuu difundují tyto atomy kyslíku z vrstvy ven, během žihání na vzduchu či v kyslíku difundují do vrstvy až do vytvoření rovnovážného stavu. Čím je teplota žihání vyšší, tím rychleji zmíněný proces probíhá. Přebytečné atomy kyslíku navíc krystalickou mřížku deformují a roztahují. Jejich průnik z vrstvy ven proto vede i ke zmenšení mřížkového parametru a_0 až o 1 %. Tyto popsane změny struktury jsou dobře pozorovatelné na rentgenogramech zkoumaných vrstev, na výsledcích rentgenové mikroanalýzy a na žihání v atmosférách různých plynů. Co se týče elektrotechnických vlastností, projevují se tyto změny následujícím způsobem: amorfni vrstva má nízkou elektrickou vodivost. To si lze představit tak, že počet poruch v krystalické mřížce je srovnatelný s počtem atomů. V pásové struktuře elektronových energetických stavů se na okrajích pásové struktury objevují ještě hladiny lokalizovaných stavů. Elektrony v těchto stavech nejsou popsány periodickými Blochovými funkcemi, a nemohou se proto volně pohybovat. Jejich stav odpovídá pohybu v potenciálové jámě a elektrická vodivost je uskutečněna jen tepelně aktivovaným přeskokovým mechanismem mezi jednotlivými lokalizovanými stavy. Zvýšení teploty vede ke zkrácení relaxační doby fázového přechodu z nestabilního amorfniho stavu do stabilnějšího polykrystalického stavu [36].

Atomy kyslíku v intersticiálních polohách (ležící mezi uzlovými body krystalové mřížky) tvoří bodové poruchy, které se také chovají jako pasti pro elektrony. Rovněž snižují koncentraci volných elektronů. Proto difúze kyslíku z vrstvy ven během žihání ve vakuu zvyšuje elektrickou vodivost a difúze kyslíku do vrstvy během žihání na vzduchu ji opět snižuje přibližně o jeden řád. Tento proces je vratný, zatímco proces krystalizace je nevratný [36].

Žihání ovlivňuje i optické vlastnosti zejména posunem absorpční hrany polovodiče v oblasti měkkého ultrafialového záření a posunem plazmové hrany v oblasti blízkého infračerveného záření [36].

6. Analýza tenkých vrstev

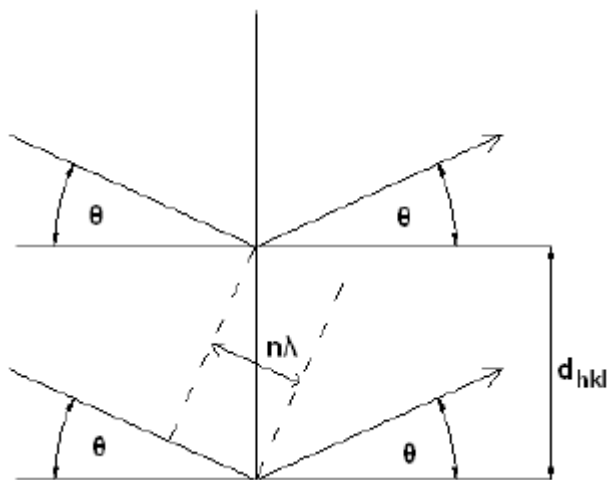
6.1. Chemická analýza tenkých vrstev

6.1.1. Analýza XRD

Metoda rentgenové difrakční analýzy (X-ray diffraction) se ve svých počátcích používala k určení krystalové struktury pevných látek. Dnes se XRD používá i pro chemické analýzy, měření vnitřních napětí, určování fázových rovnováh, měření velikosti částic a určování orientace krystalu nebo orientaci jednotlivých složek v polykrystalickém složení. Při rentgenové difrakční analýze se substrát ozařuje rentgenovým zářením s vlnovou délkou λ . Záření je rozptylované zejména elektrony, které kmitají vlivem tohoto záření více než atomová jádra. Ke konstruktivnímu složení rozptýleného záření dochází pouze při splnění podmínek daných Braggovou rovnicí [25]:

$$n\alpha = 2d_{hkl}\sin\theta \quad (2)$$

Kde: d_{hkl} - mezirovinná vzdálenost rovin
s Millerovými indexy (hkl),
 θ – úhel dopadu záření na systém rovin (hkl),
 n - řád reflexe,
 α - vlnová délka dopadajícího a difraktovaného záření.



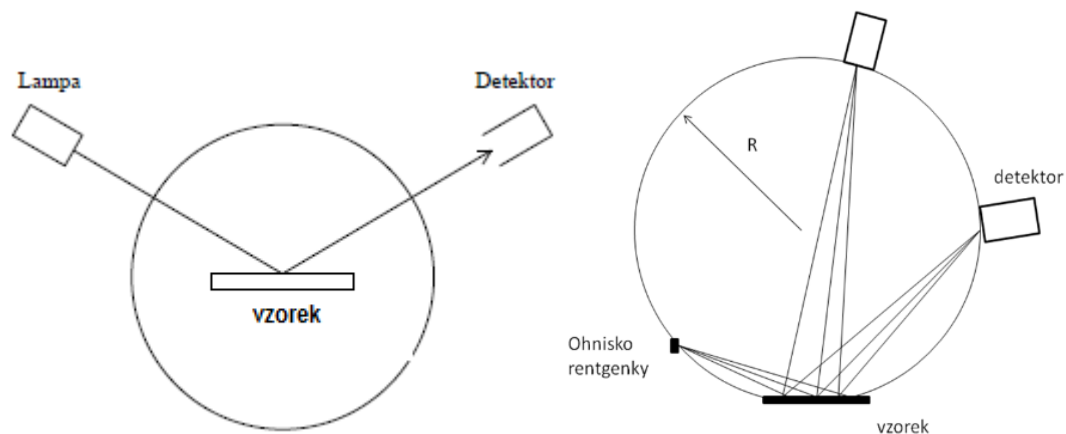
Obr. 15: Grafické vysvětlení Braggové rovnice [25]

V klasickém Bragg-Brentanově (dále B-B) uspořádání práškového difraktogramu je divergentní svazek vycházející z ohniska RTG lampy po difrakci na rovinném vzorku fokusován v bodovém detektoru. V případě tenkých vrstev je třeba užít malý úhel dopadu (kvůli menší hloubce průniku záření do vzorku a většímu efektivnímu signálu od tenké vrstvy). Záznam se pak snímá při malém konstantním úhlu dopadu, kdy se pohybuje pouze detektor. Pak se ale fokusační podmínky v Bragg-Brentanově uspořádání silně naruší a difraktogram se rozostří. Proto pro účely difrakce na tenkých vrstvách je výhodné použít tzv. Seemanova-Bohlinova goniometru (S-B uspořádání), kde se detektor pohybuje přímo po fokusační kružnici a proměňuje se tedy vzdálenost detektoru od vzorku. Tato difrakční geometrie je znázorněna na obr. 17 [26].

V B-B difrakční geometrii jsou vždy v difrakční poloze roviny hkl rovnoběžné s povrchem vzorku a vzdálenosti ohnisko lampy - vzorek a vzorek - detektor jsou konstantní.

V S-B uspořádání je malý a konstantní úhel dopadu na plochý vzorek, difrakující roviny hkl svírají s povrchem vzorku nenulový proměnný úhel, vzdálenost ohnisko lampy – vzorek je konstantní, ale vzdálenost vzorek – detektor se mění s polohou detektoru, viz obr. 17 [26].

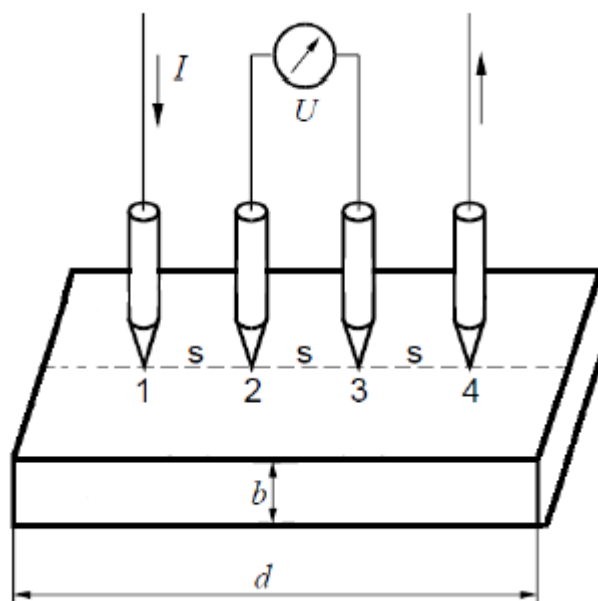
Další možnost difrakčního uspořádání pro tenké vrstvy je do difraktovaného svazku umístit kolimátor tvořený sadou dlouhých rovnoběžných desek kolmo k difrakční rovině, tvořené dopadajícím a difraktovaným svazkem. Tak se vytvoří paralelní svazek před detektorem. I za cenu ztráty intenzity je to pro daný účel výhodné pro získání ostrého difraktogramu [26].



Obr. 16: Porovnání B-B difrakční geometrie, kdy vzdálenosti ohnisko lampy - vzorek a vzorek - detektor jsou shodné (obrázek vlevo), a S-B difrakční geometrie, kdy úhel dopadu na vzorek je malý a pevný a mění se úhel odrazu a vzdálenost vzorek-detektor (obrázek vpravo) [26].

6.2. Čtyřbodová metoda měření plošného odporu

Měření vychází ze čtyřbodové metody, kde čtyři ostré hroty jsou přitlačeny na povrch měřeného vzorku kolmo v přímce pod tlakem (viz obr. 17). Vzdálenost mezi kontakty „s“ je stejná. Dvěma krajními kontakty 1 a 4 se přivádí do vzorku elektrický proud I z vnějšího stejnosměrného zdroje proudu. Na vnitřních kontaktech 2 a 3 měří rozdíl potenciálů U , který nám následně vypočítá hodnotu plošného odporu [27].



Obr. 17: Princip čtyřbodové metody [27].

6.3. Mřížková zkouška (ČSN EN ISO 2409)

Tato zkouška popisuje metodu pro měření přilnavosti nátěrových systémů. Jedná se o destruktivní metodu, která hodnotí odolnost povlaků z nátěrových hmot k oddělení od substrátu. Je nutné proříznout nátěr pravouhlou mřížkou až k podkladu [28].

Principem zkoušky je provedení šesti rovnoběžných řezů a šesti dalších, které jsou na ně kolmé. Řezy musí být provedeny až na substrát. Rozestupy mezi jednotlivými řezy se řídí tloušťkou povlaku [34].

	a) do 60 μm	b) 60 až 120 μm	c) 120 až 200 μm
vzdálenost řezů:	1 mm	2 mm	3 mm

Pro mřížkovou zkoušku se používají běžná laboratorní zařízení spolu se speciálními pomůckami. Důležité je, aby řezný nástroj měl definovaný tvar, a aby bylo jeho ostří ve výborném stavu. Pro všechny druhy povlaků provedených jak na tvrdých, tak na měkkých podkladech, se upřednostňují jednoduché řezné nástroje s jedním ostřím. Řezný nástroj s více ostřími není vhodný pro silné povlaky ($> 120 \mu\text{m}$) [34].

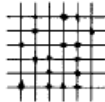
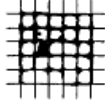
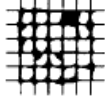
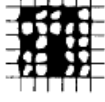
Vzorky musí být rovné a nedeformované. Vzorky z měkkého materiálu musí mít minimální tloušťku 10 mm. Naproti tomu vzorky z tvrdého materiálu musí mít tloušťku minimálně 0,25 mm [34].

Pokud nebylo dohodnuto jinak, samotné zkoušky se provádějí při teplotě $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ a relativní vlhkosti $(50 \pm 5) \%$. Zkouška se provede nejméně na třech stejných (podobných) vzorcích. Pokud se výsledky liší o více než jeden klasifikační stupeň a pokud výsledky neodpovídají, zkoušky se opakují na jiných místech vzorku [34].

Ihned po zkoušce se pod dobrým osvětlením řezná plocha zkušební povlaku pozorně prohlédne a porovnáním s vyobrazeními se zkušební plocha oklasifikuje podle Tab. 1: Klasifikace stupnice pro mřížkovou zkoušku.

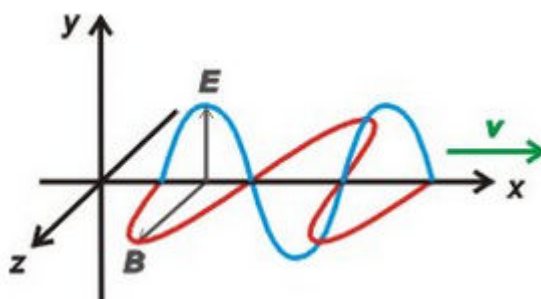
V tabulce je uvedeno šest klasifikačních stupňů, které se využívají v praxi nejčastěji. Pokud se vyžaduje pouze hodnocení vyhovuje / nevyhovuje, používají se pouze první tři stupně klasifikační stupnice [34].

Tab. 1: Klasifikace stupnice pro mřížkovou zkoušku [34].

Klasifikace	Popis	Vzhled povrchu plochy s mřížkovým řezem, na které se vyskytlo odlupování (Příklad pro šest rovnoběžných řezů)
0	Hrany řezů jsou zcela hladké; žádný čtverec mřížky není poškozen	-
1	Malé kousky povlaku odloupnuty v místech křížení řezů. Poškozená plocha je menší než 5 %	
2	Povlak se odlupuje podél řezů a/nebo v místech křížení řezů. Poškozená plocha je větší než 5 %, ale menší než 15 %	
3	Povlak se odlupuje podél řezů ve velkých pásech částečně nebo zcela, a/nebo se odlupuje částečně nebo zcela na různých místech čtverců. Poškozená plocha je větší než 15 %, ale menší než 35 %	
4	Povlak se odlupuje podél řezů ve velkých pásech zcela a/nebo některé čtverce jsou odloupnuty částečně nebo zcela. Poškozená plocha je větší než 35 %, ale menší než 65 %	
5	Jakýkoliv stupeň odlupování, který nemůže být klasifikován ani stupněm 4	-

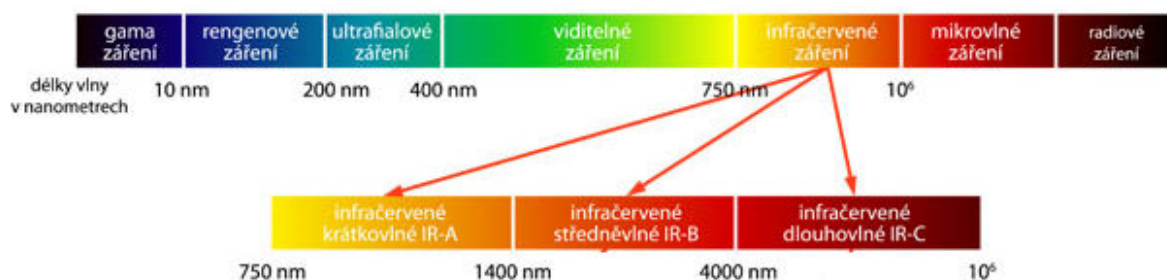
6.4. Spektroskopie

Na zemský povrch dopadá elektromagnetické sluneční záření (neboli světlo), jehož základní složkou jsou fotony nebo též kvanta (Q). Existenci fotonů poprvé popsal Albert Einstein v roce 1905. Elektromagnetické záření se prostorem šíří jako vlna. Tato vlna má dvě části, magnetickou vlnu B a elektrickou vlnu E. Pohybují se rychlostí světla, jsou navzájem kolmé a rovnoběžné ve směru šíření a odráží se od objektů, které mají vyšší teplotu, než je absolutní nula (-273,15 °C). Zdrojem vlnění může být Země nebo Slunce. Hlavními vlastnostmi záření jsou: vlnová délka (wavelength) - λ a frekvence (frequency) - ν [37].



Obr. 18: Elektromagnetická vlna [39].

Rozpětí vlnových délek elektromagnetického záření sahá od gama záření (10^{-4} nm) až po dlouhovlnné radiové vlnění (10^9 nm). Z tohoto rozpětí zaznamenává lidské oko jen zlomek, kterému říkáme viditelné spektrum a nachází se mezi 400 a 800 nm. V rámci viditelného spektra rozlišujeme 3 barevné gradienty s hodnotou vlnové délky v jejich středu: Red (červený) 650 nm, Green (zelený) 560 nm a Blue (modrý) 450 nm [39].



Obr. 19: Část elektromagnetického spektra [38]

Vědní disciplína, která se obecně zabývá vznikem, měřením a interpretací energetických spekter se nazývá spektrometrie. Snímání se provádí pomocí spektrometrů, které zaznamenávají funkci emitovaného, odraženého nebo rozptýleného záření. Spektrometr se využívá zejména v analytické fyzice a chemii pro rychlé a přesné zjištění vlastností a obsahu sledovaných částic [37].

Jedním ze základních výstupů obrazové spektroskopie je spektrální křivka odrazivosti. Ta je projevem spektrálního chování objektů. Záření dopadající na zemský povrch je částečně absorbováno (Absorpce), částečně svedeno do nižších vrstev (Transmitance) a částečně odraženo (Reflectance) zpět do atmosféry [37].

7. Materiály

7.1. Směsný oxid india a cínu ($\text{In}_2\text{O}_3\text{:SnO}_2$, ITO)

Vlastností ITO je vysoká transparentnost a nízký odpor ve viditelném rozsahu spektra. Využívá se často k výrobě transparentních vodivých povlaků pro displeje, jako jsou displeje z tekutých krystalů, plochých obrazovek, plazmových displejů, dotykových panelů. ITO je použito i u organických světelných diod (OLED), solárních článků a antistatických vrstev. Fólie nanesené na čelní skla letadel se používají pro rozmrazování díky generování tepla pomocí připojeného napětí. Mohou pracovat při vysokých teplotách až do 1400 °C a tedy mohou být použity v náročných podmínkách např. plynové turbíny, proudové motory a raketové motory [30].

7.2. Nitrid titanu (TiN)

Nitrid titanu (TiN) patří mezi nejtvrďší známé materiály (podle Mohsovy stupnice tvrdosti je jeho tvrdost mezi 9 a 10). Používá se zejména pro výrobu součástek pro obráběcí stroje a pro brusné materiály. Další možností jeho využití je tzv. nitrace, kdy na materiál vzniká tenká ochranná vrstva TiN, což výrazně zlepšuje mechanickou odolnost materiálu. Pokovování materiálů nitridem titanu se využívá především v průmyslu či zdravotnictví, kde jsou ceněny právě jeho mechanické vlastnosti, stálost a odolnost. Atraktivní zlatá barva jej předurčuje i pro aplikaci na různé užitkové předměty (sklo, keramika a další) [31].

7.3. Nitrid mědný (Cu_3N)

V posledních letech nitrid mědný přitahuje značnou pozornost jako nový materiál použitelný pro optická zařízení. Využívá se pro ukládání dat a vysokorychlostní integrované obvody. Cu_3N je polovodič a jeho optická odrazivost ve viditelné a infračervené oblasti je mnohem menší než čisté mědi. Je známo, že Cu_3N je stabilní při pokojové teplotě, ale začne se rozkládat na Cu a N_2 při vyšší teplotě jak 300 °C. Nízké teploty rozkladu a rozlišující optické vlastnosti sloučeniny ve srovnání s čistou mědí se využívají pro optické paměťové disky. Na povrchu Cu_3N pomocí laseru vytváříme mikroskopické Cu skvrny, které lze následně číst [32].

7.4. Křemičité sodnovápenaté sklo ($\text{Na}_2\text{O} - \text{CaO} - \text{SiO}_2$)

Jedná se o nejběžnější chemickou soustavu skla. Sklovina tohoto složení slouží pro výrobu plochého, obalového a užitkového skla. Využívá se např. na láhve, sklenice, běžné stolní sklo. Pro průmyslová skla je nejdůležitější oblast primární krystalizace devitritu - $\text{Na}_2\text{O} \cdot 3\text{CaO} \cdot 6\text{SiO}_2$, wollastonitu - $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ a tridymitu - SiO_2). Složení plochého a obalového skla se pohybuje nejčastěji v rozmezí: 70 - 73,5 hm.% SiO_2 , 0,6 - 2,0 hm.% Al_2O_3 , 6 - 11 hm.% CaO, 1,5 - 4,5 hm.% MgO a 13 - 15 hm.% Na_2O [33].

8. Praktická část

8.1. ITO vrstva

8.1.1. Použitý substrát a metoda čištění

Pro depozici tenkých vrstev ITO bylo zvoleno křemičité sodnovápenaté sklo, protože není potřeba dále upravovat jeho povrch leštěním a nevstupují nám do procesu nanášení další jevy, jako by to mohlo být u mědi, např. difúzí. Substrát byl umyt přípravkem na odstranění mastnoty. Následovalo jeho opláchnutí v isopropylalkoholu (IPA) a usušení pod tlakem vzduchu.

8.1.2. Postup depozice ITO vrstvy

Pro reaktivní magnetonové naprašování byl použitý přístroj vyrobený firmou KWS CZ pod typovým označením NP-12.

První sada vzorků byla označena pouze jednociferným číslem. Toto číslo souhlasilo s označením parametrů depozičního procesu. Pro značení dalších vzorků byl použit následující způsob $x.y.z$, kde jednotlivé pozice označují následující :

x ... skupinu vzorků,
 z ... sérii vzorků v rámci skupiny x ,
 y ... vzorek v rámci série z .

Číslice 1 (pozice x) je neměnná. Pozice y označuje změnu parametrů (výkon depozice, tloušťka vrstvy, parametry procesu žihání, viz příloha 11.1.). Pozice z souhlasí s podmínkami depozičního procesu (viz tab. 2).

Pro první čtyři série vzorků označené číslicemi 1, 2, 3, 4 (pozice z) byly použity počáteční depoziční parametry uváděné ve vědeckém článku [35]. Další dvě série označené číslicemi 5 a 6 byly použity pro mezní hodnoty (extrémy). U série 5 bylo připouštěno maximum O_2 a minimum Ar, aby nedošlo k otravě targetu. Série 6 byla naprašena pouze v inertní atmosféře Ar.

V praktické části se zjistilo, že uváděné hodnoty připouštěných plynů v článku [35] jsou pro zařízení používané v rámci této práce jsou nedostatečné, protože vývěvy na odčerpávání komory neumožnily ustálení pracovního tlaku na nastavené hodnotě. Tento stav byl nejspíše způsoben jinými parametry vývěvy zařízení. Z tohoto důvodu byly zvýšeny hodnoty tlaku připouštěných plynů při zachování jejich poměru. Dále se upravil depoziční tlak, protože pro využívané zařízení byl nízký. Nevytvářel se dostatečně hustý oblak plynu k dosažení doutnavého výboje. U všech čtyř sérii vzorků tedy byl pracovní tlak zvýšen. To nejspíše bylo způsobené odlišnými parametry pracovní komory zařízení. Parametry depozičního procesu jsou zaznamenány v tab. 2.

Tab. 2: Podmínky depozičního procesu

Parametry depozičního procesu:						
Označení	1	2	3	4	5	6
Pracovní plyn č. 1 [-]	Ar	Ar	Ar	Ar	Ar	Ar
Průtok plynu č. 1 [sccm]	16	14	12	10	5	50
Reaktivní plyn č. 2 [-]	O ₂	O ₂	O ₂	O ₂	O ₂	-
Průtok plynu č. 2 [sccm]	18,5	27,5	37,0	46,0	50,0	-
Čerpáno [Pa]	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008
Tlak při naprašování [Pa]	0,75	0,75	0,80	0,85	0,95	0,70
Materiál terče [-]	ITO	ITO	ITO	ITO	ITO	ITO
Materiál substrátu [-]	sodnovápenaté sklo	sodnovápenaté sklo	sodnovápenaté sklo	sodnovápenaté sklo	sodnovápenaté sklo	sodnovápenaté sklo
Teplota [°C]	34,9	34,9	34,9	34,9	34,9	34,9
Depoziční rychlost [nm/min]	2,8	2,9	2,5	2	1,8	8,5
Výkon depozice [kW]	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1

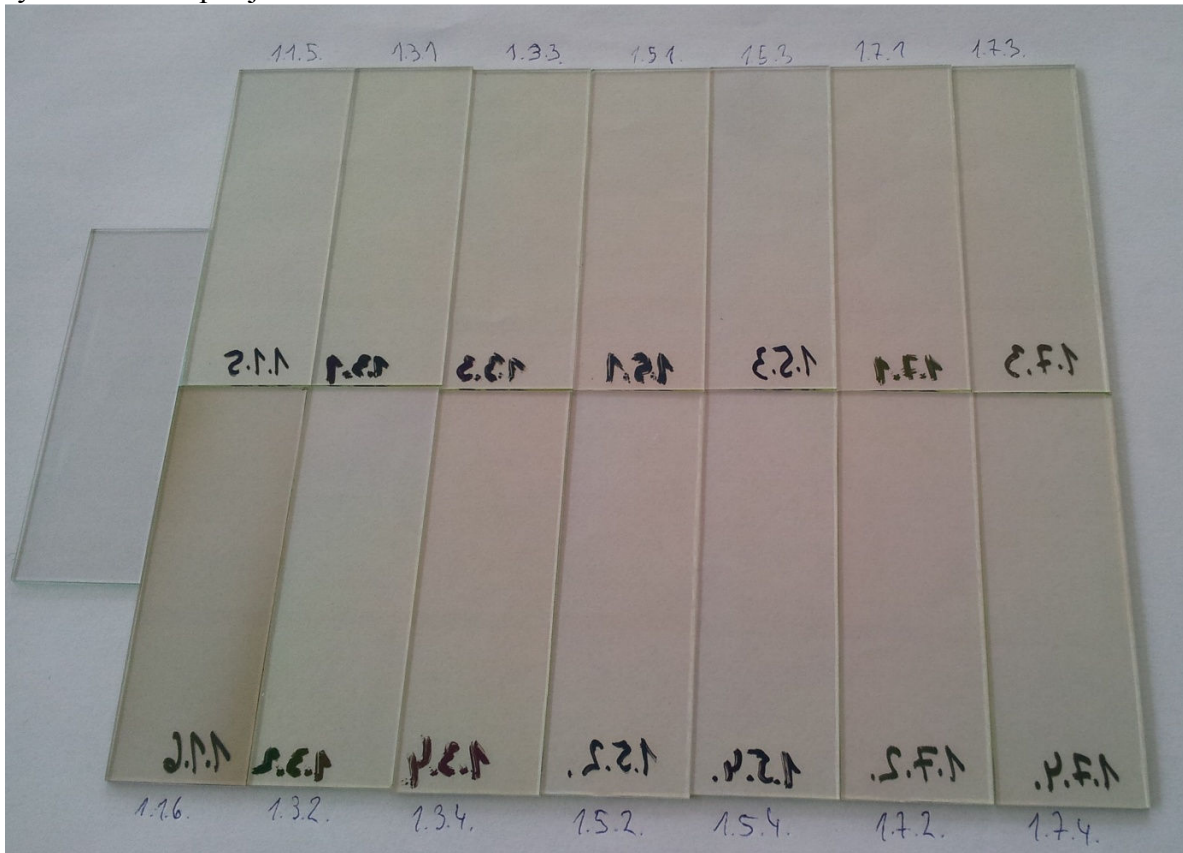
8.1.3. Žihání

Žihání probíhalo ve vakuové elevátorové peci od firmy Clasic viz obr. 20.

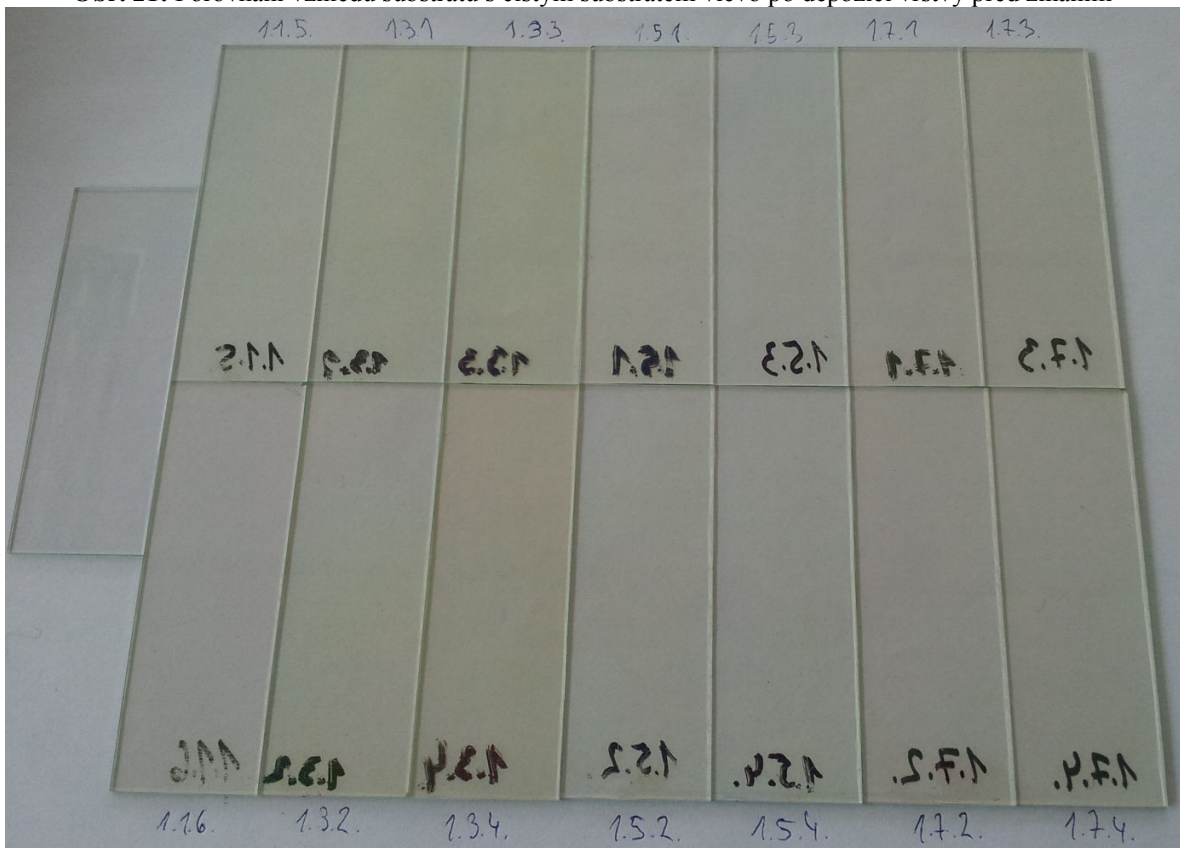


Obr. 20: Zařízení na žihání v ochranné atmosféře Ar

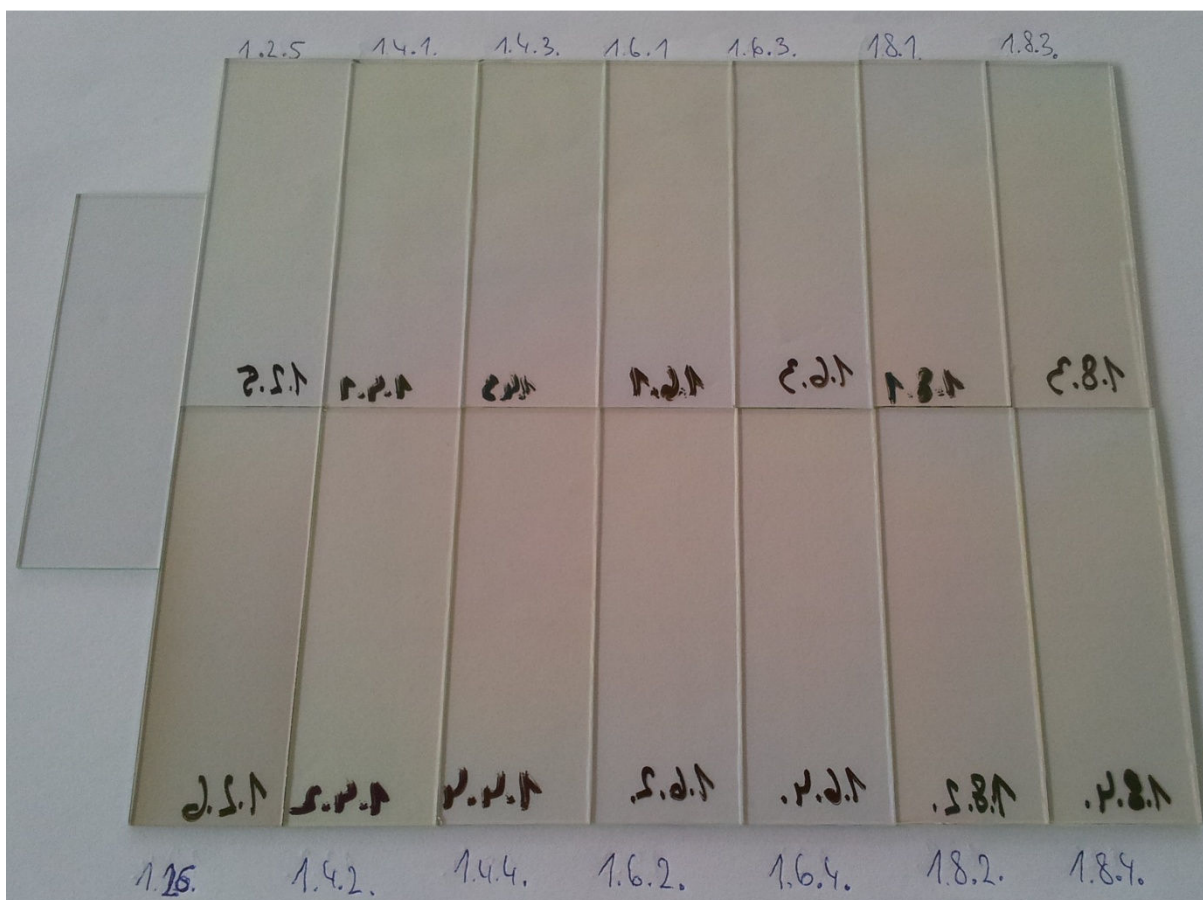
Do pracovní komory byl připouštěn inertní plyn Ar. Počáteční teplota procesu byla nastavena na 30 °C. Teplota žhání byla 350 °C s náběhem teploty 10 °C/min. Doba žhání byla stanovena pro jednu sérii vzorků na 30 min a druhou 60 min.



Obr. 21: Porovnání vzhledu substrátu s čistým substrátem vlevo po depozici vrstvy před žháním



Obr. 22: Porovnání vzhledu po 30 min. žhání s čistým substrátem vlevo



Obr. 23: Porovnání vzhledu substrátu s čistým substrátem vlevo po deposici vrstvy před žiháním



Obr. 24: Porovnání vzhledu po 60 min. žihání s čistým substrátem vlevo

Na obr. 21 jsou dokumentovány jednotlivé série vzorků neprodleně po depozici vrstvy ITO. Na obr. 22 jsou zachyceny stejné série vzorků po 30 minutovém žihání. Porovnáním těchto dvou obrázků zjistíme, že žihání zlepšuje propustnost viditelného spektra záření. Tento stejný jev je patrný i na sérii vzorků před a po žihání 60 minutovém viz obr. 23 (před žiháním) a obr. 24 (po žihání).

8.1.4. Optická spektroskopie

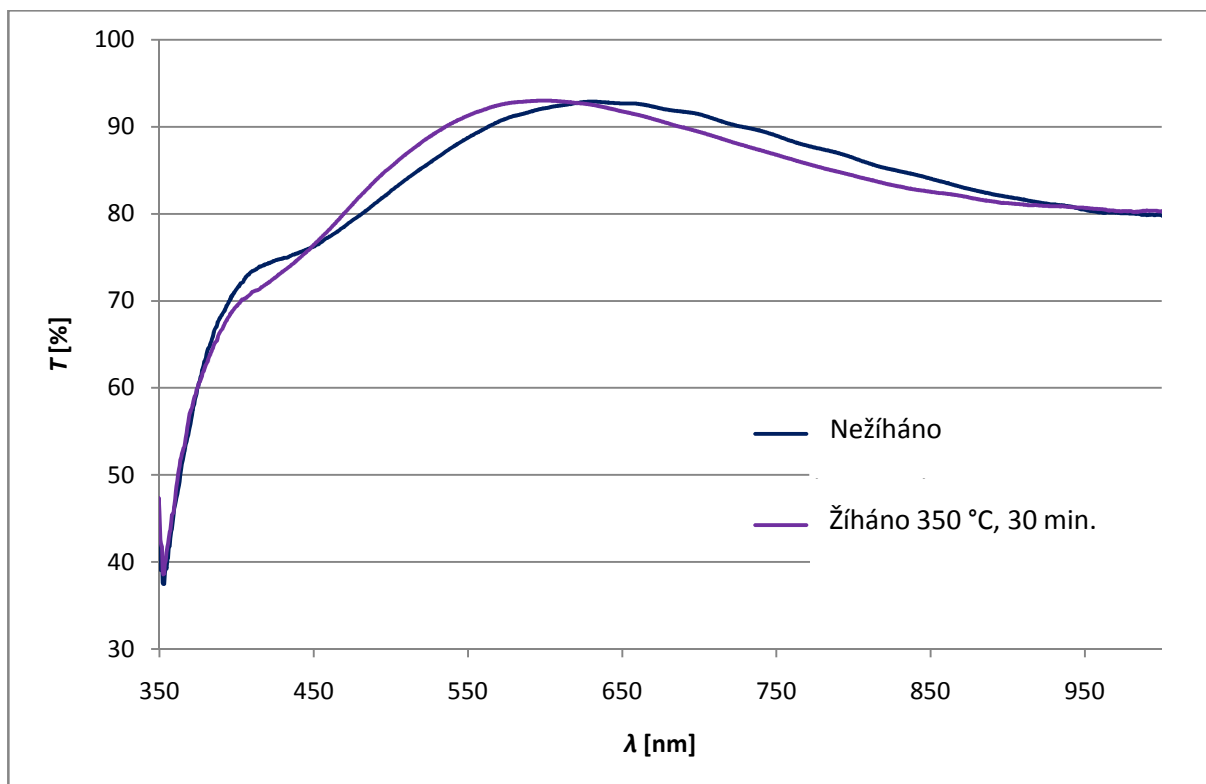
U vytvořených sérií vzorků byla provedena optická spektroskopie neprodleně po depozici vrstvy i po procesu žihání. Optická spektra byla proměřena na zařízení Thermo Scientific od firmy Helios, které bylo připojeno k počítačové sestavě. Měření probíhalo při teplotě okolí $\vartheta = 27,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, atmosférického tlaku $p = 989,5\text{ hPa}$, relativní vlhkosti $\varphi = 58,8\text{ }\%$.



Obr. 25: Sestava na měření spektroskopie

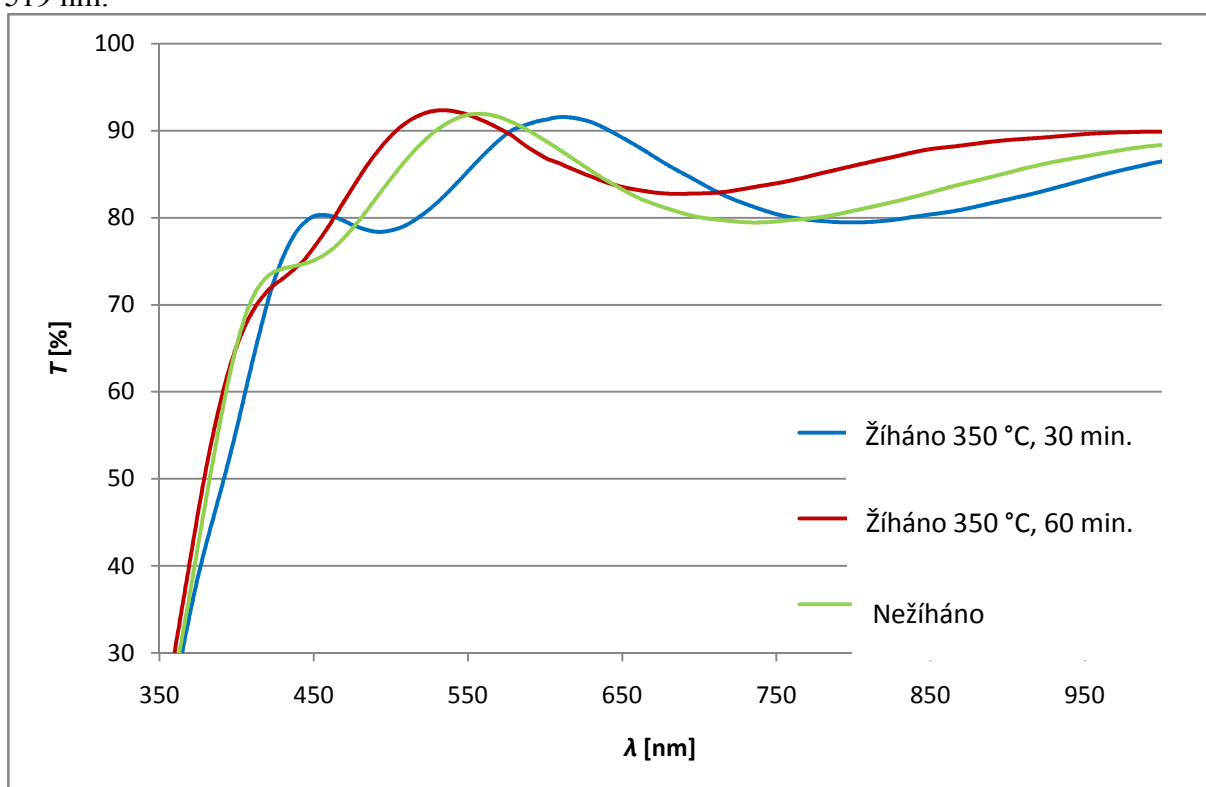
U všech vzorků byla proměřena propustnost v rozmezí od 350 nm do 1000 nm. Ve vyhodnocování vzorků byl kladen důraz na hodnocení propustnosti v oblasti viditelného spektra, protože se tato vrstva využívá na generování tepla u oken dopravních letadel a solárních panelů. Z tohoto důvodu je nutné, aby paprsky slunečního záření, pokud možno, prošly beze změny optických vlastností.

Z charakteristiky vzorku ze série 1 viz. obr. 26 je zřejmé, že nežiháný vzorek má stejnou nebo lepší propustnost v oblasti ultrafialového záření. Od 450 nm (odpovídá modré barvě) se zhoršuje propustnost u nežihaného vzorku. Od vlnové délky 638 nm nežiháný vzorek má propustnost lepší než vzorek žiháný. Lze uzavřít, že maximální propustnost 94 % pro tento nežiháný vzorek je při 638 nm, pro vzorek žiháný je 93,2 % při 585 nm.



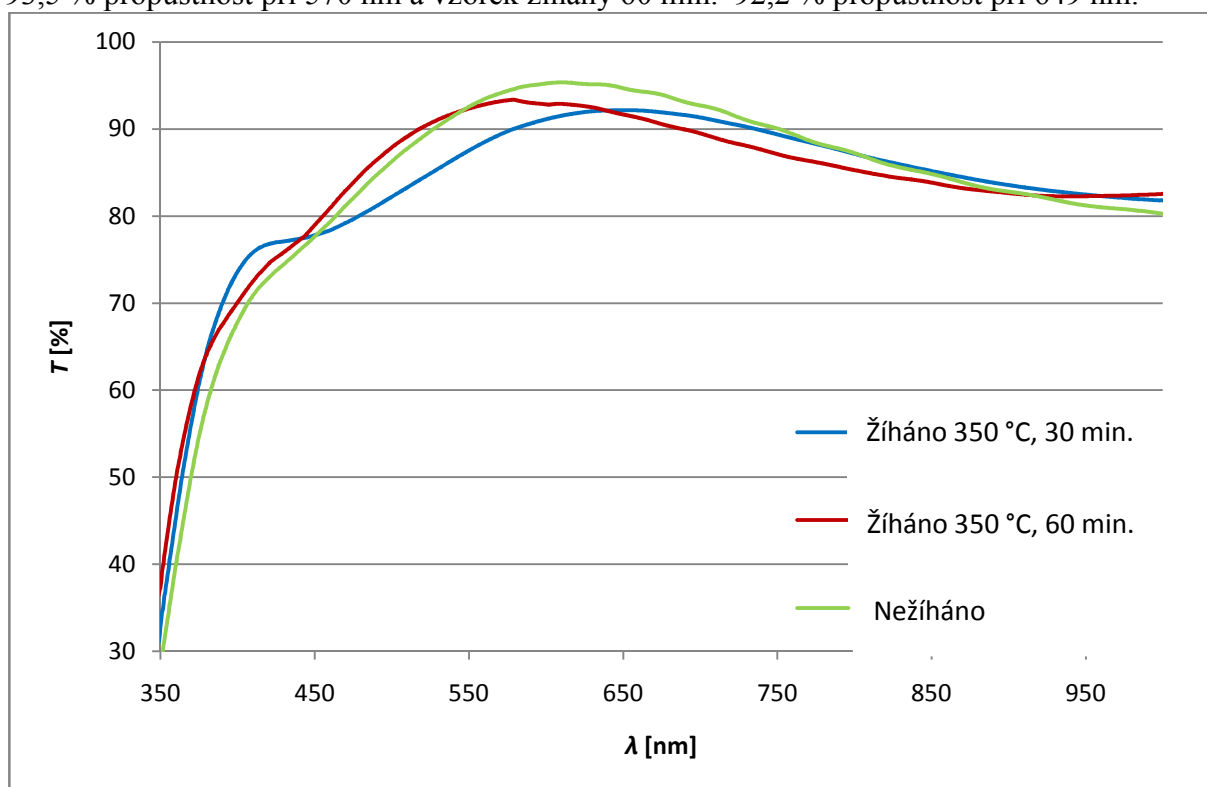
Obr. 26: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorek označený 1.1.1.

Obr. 27 zachycuje propustnost vzorků ze série 1 (změna tloušťky vrstvy). Z něho je zřejmé, že nežiháný vzorek dosahuje maximální propustnost 92,0 % při 546 nm, vzorek žiháný 30 min. 91,7 % propustnost při 597 nm a vzorek žiháný 60 min. 92,5 % propustnost při 519 nm.

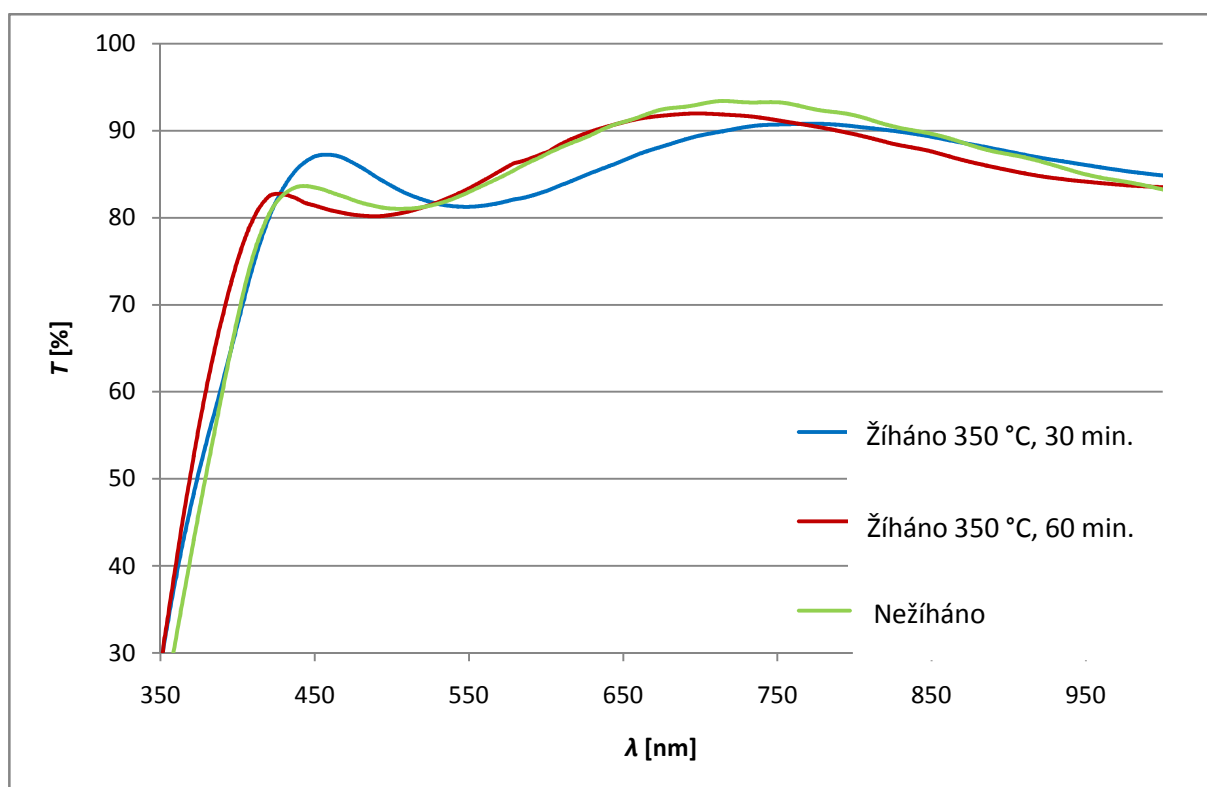


Obr. 27: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označený 1.3.1 a 1.4.1.

Obr. 28 dokumentuje propustnost dalších vzorků ze série 1 (změna výkonu depozice). V rozmezí od 481 nm do 532 nm má nejlepší propustnost vzorek, který byl žíhán 60 min. Nežíháný vzorek má maximální propustnost 95,4 % při 595 nm, vzorek žíháný 30 min. 93,5 % propustnost při 570 nm a vzorek žíháný 60 min. 92,2 % propustnost při 649 nm.



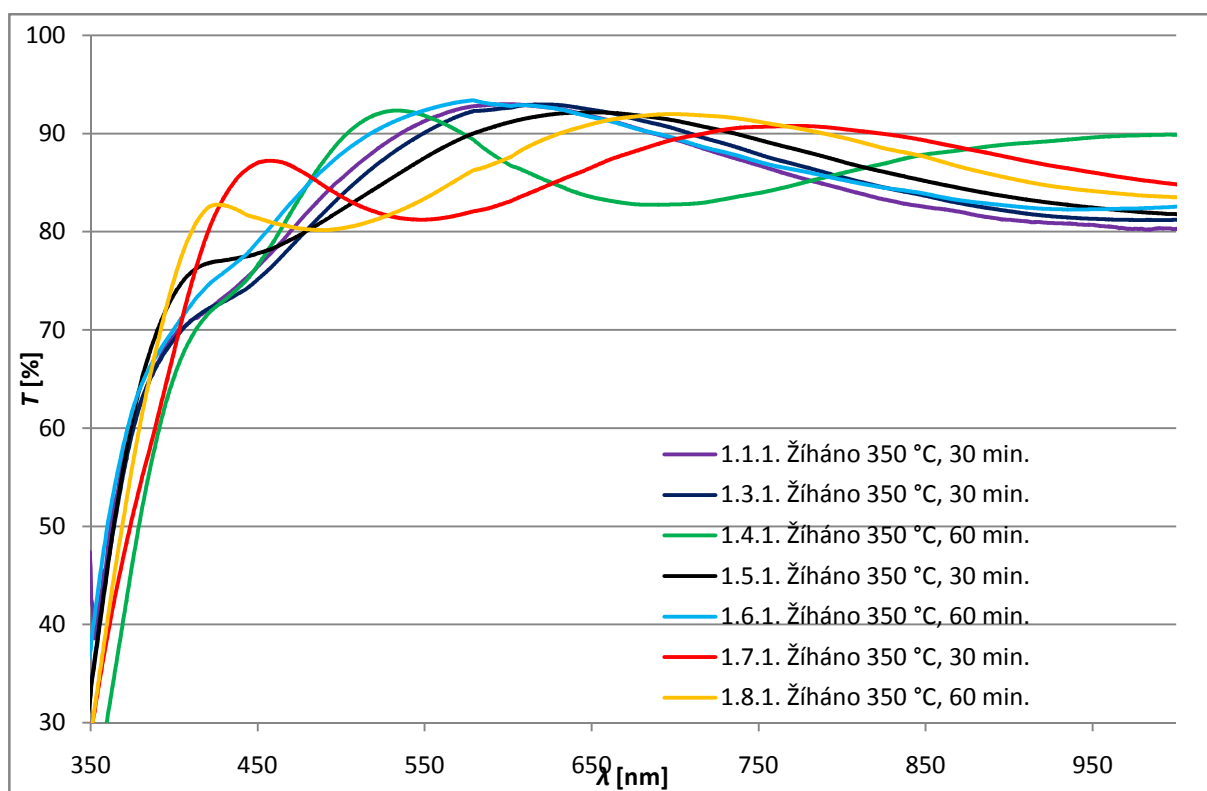
Obr. 28: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.5.1. a 1.6.1.



Obr. 29: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.7.1. a 1.8.1.

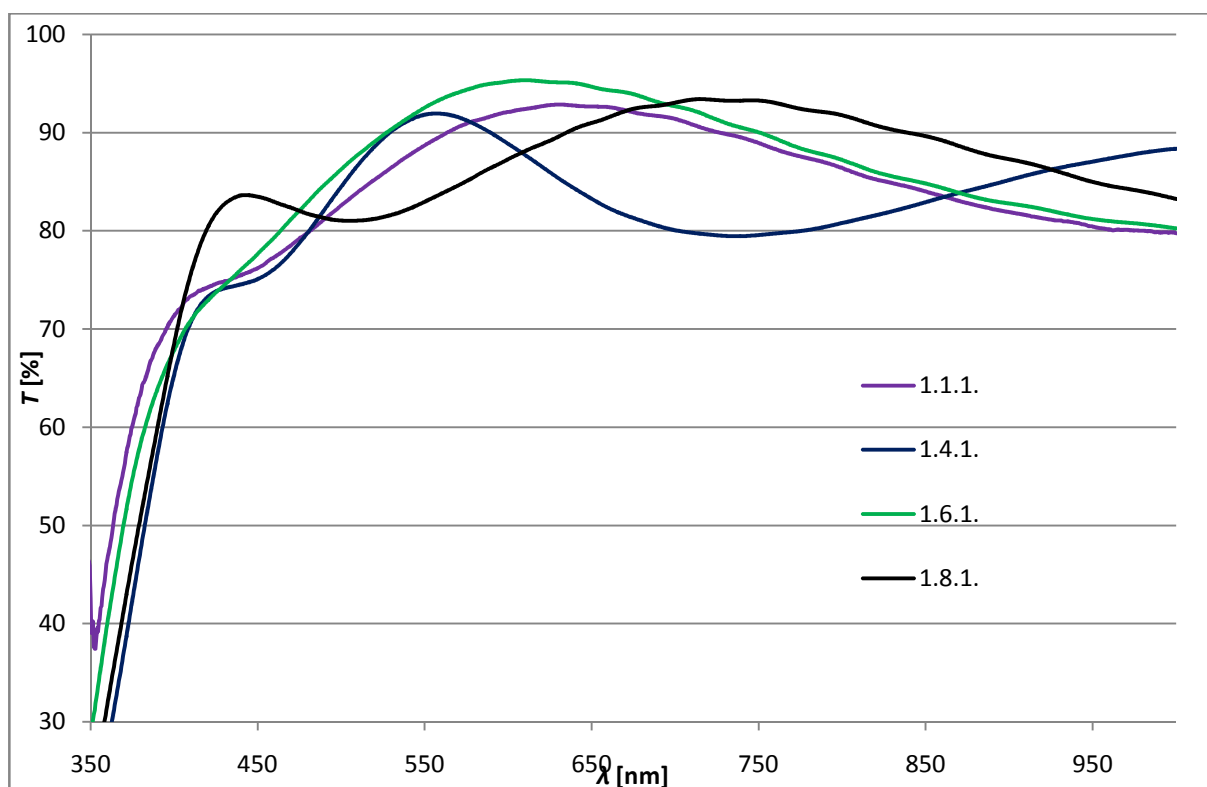
Na obr. 29 je zachycena propustnost poledních vzorků ze série 1 (změna výkonu depozice). Z obrázku je zřejmé, že od 350 nm do 428 nm a od 532 nm do 642 nm má nejlepší propustnost vzorek, který je žíhán 60 min. Maximální propustnost 93,4 % pro nežíháný vzorek je při 703 nm. Pro vzorek žíháný 30 min. je 92,0 % propustnost při 682 nm a pro žíháný 60 min. 90,8 % propustnost při 749 nm.

Obr. 30 zachycuje všechny žíhané vzorky ze série 1. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.1. má průměrnou propustnost 86,83 %, vzorek 1.3.1. 83,06 %, vzorek 1.4.1. 84,60 %, vzorek 1.5.1. 86,96 %, vzorek 1.6.1. 87,84 %, vzorek 1.7.1. 86,05 % a vzorek 1.8.1. 83,06 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.6.1, tedy vzorek s následujícími parametry: tlak při depozici vrstvy 0,75 Pa, přípouštění reaktivního plynu O₂ 18,5 sccm a inertního plynu Ar 16 sccm, tloušťkou vrstvy 100 nm, výkonem 0,5 kW a dobou žíhání 60 min.



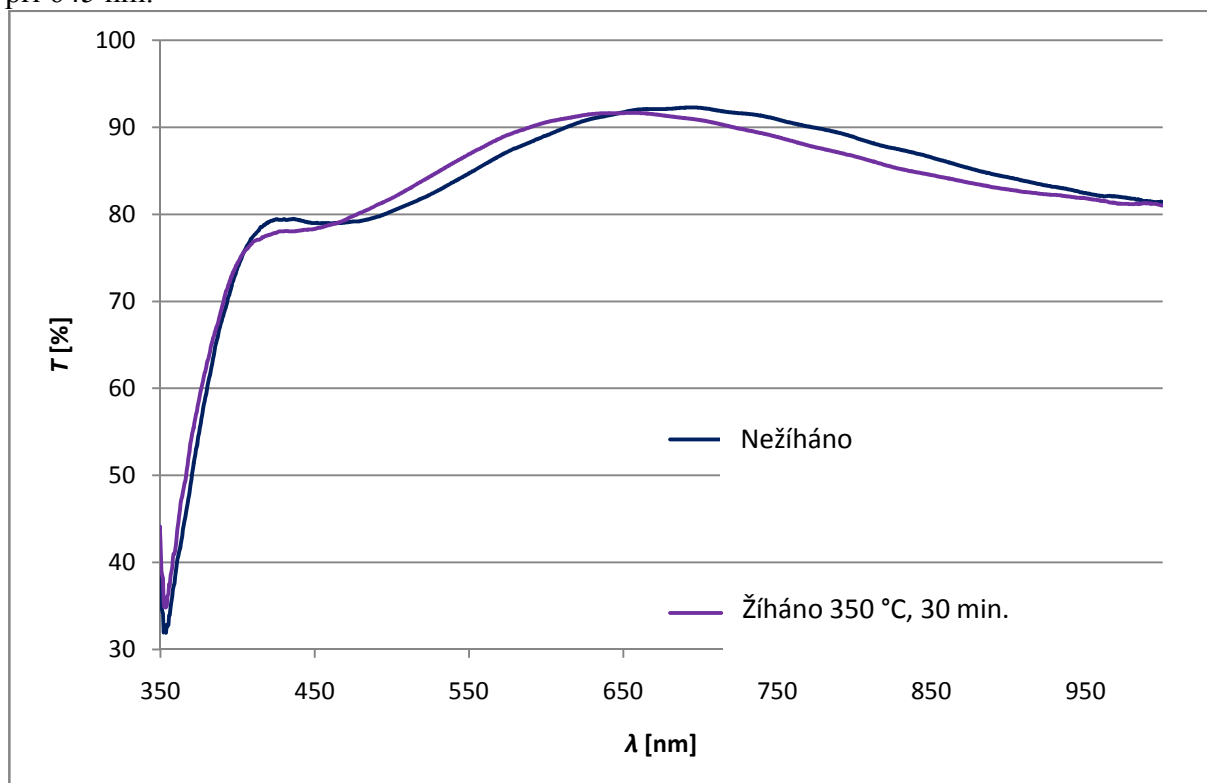
Obr. 30: Vliv procesu žíhání na propustnost u série vzorků označené koncovým číslem 1.

Obr. 31 pak dokumentuje všechny nežíhané vzorky ze série 1. I zde byla jako parametr pro hodnocení vzorků zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme opět vypočítali průměr. Vzorek 1.1.1. má průměrnou propustnost 86,95 %, vzorek 1.4.1. má 82,70 %, vzorek 1.6.1. má 88,99 %, vzorek 1.8.1. má 87,51 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.6.1, který má následující parametry: tlak při depozici vrstvy 0,75 Pa, přípouštění reaktivního plynu O₂ 18,5 sccm a inertního plynu Ar 16 sccm, tloušťkou vrstvy 100 nm a výkonem 0,5 kW.



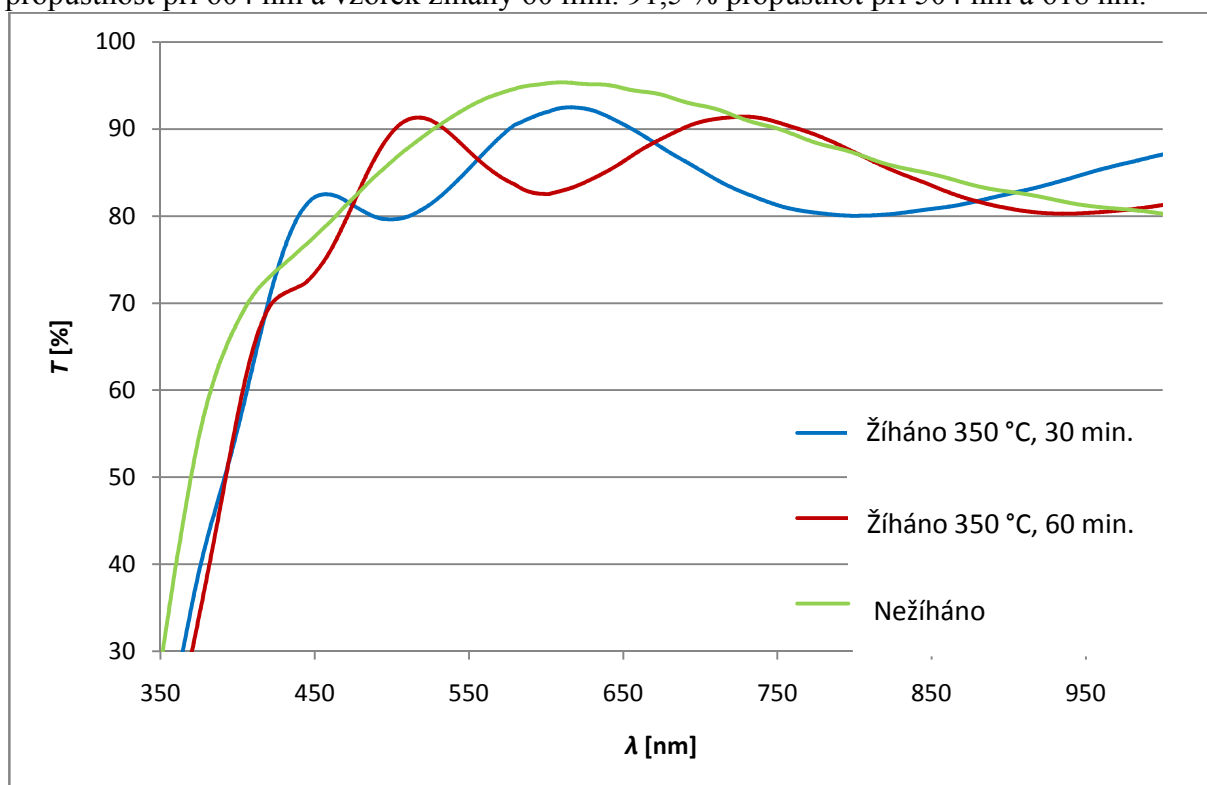
Obr. 31: Propustnost jednotlivých vzorků neprodleně po depozici u série označené koncovým číslem 1.

Na obr. 32 je zachycena propustnost prvního vzorku ze série 2. Je patrné, že žíhaný vzorek má lepší propustnost v oblasti ultrafialového záření. V rozmezí od 412 nm do 458 nm je propustnost žíhaného vzorku horší, než je tomu u vzorku nežíhaného. Od vlnové délky 458 nm do 600 nm má žíhaný vzorek propustnost opět lepší. Vidíme, že maximální propustnost 92 % pro nežíhaný vzorek je při 712 nm, pro žíhaný vzorek je 91,2 % propustnost při 645 nm.

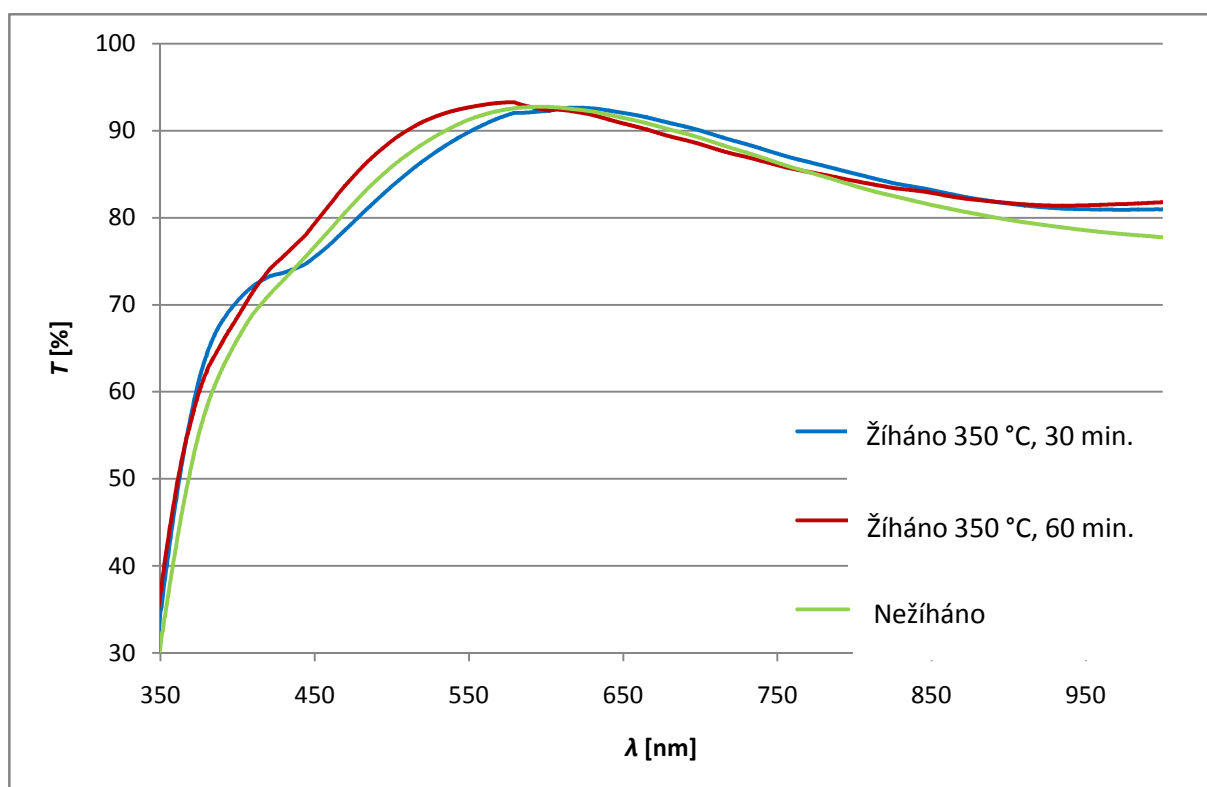


Obr. 32: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorek označený 1.1.2.

Obr. 33 dokumentuje propustnost vzorků ze série 2 (změna tloušťky vrstvy). Maximální propustnost 94,9 % nežíhaný vzorek má při 525 nm. Vzorek žíhaný 30 min. má 92,5 % propustnost při 604 nm a vzorek žíhaný 60 min. 91,5 % propustnot při 504 nm a 618 nm.



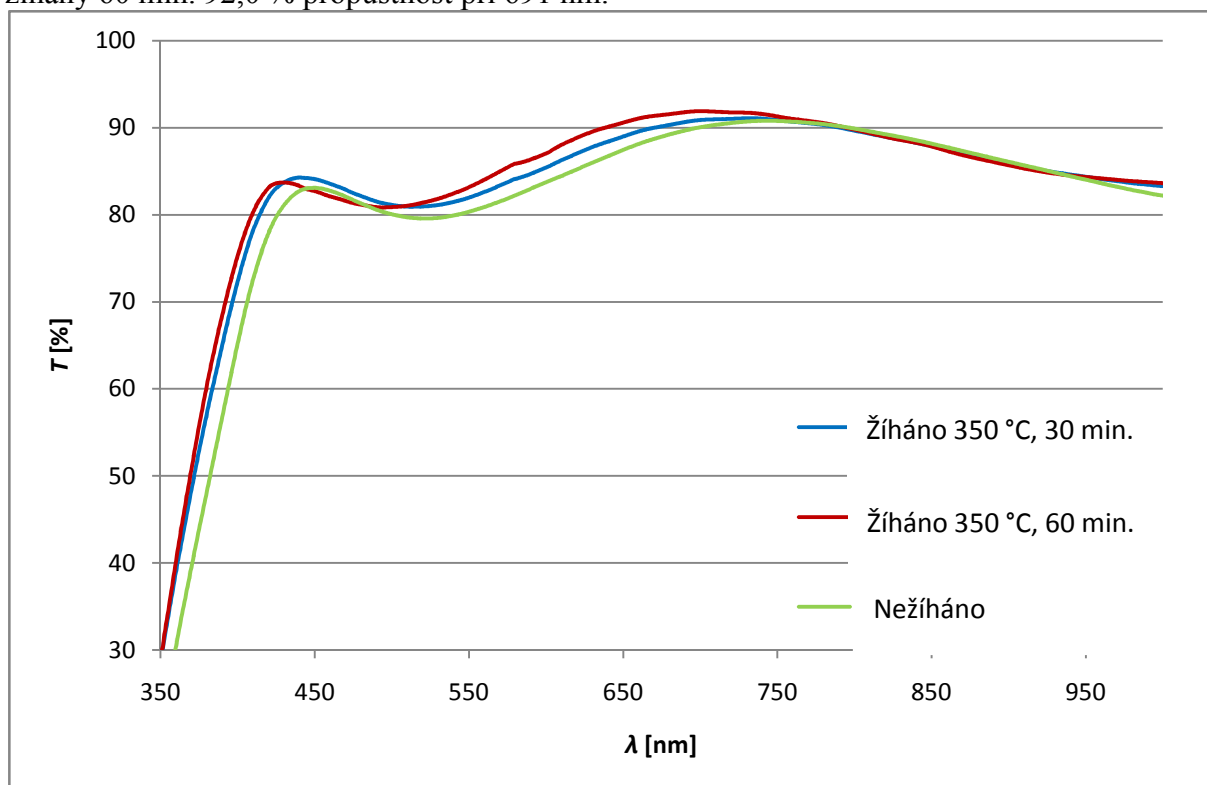
Obr. 33: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.3.2 a 1.4.2.



Obr. 34: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.5.2. a 1.6.2.

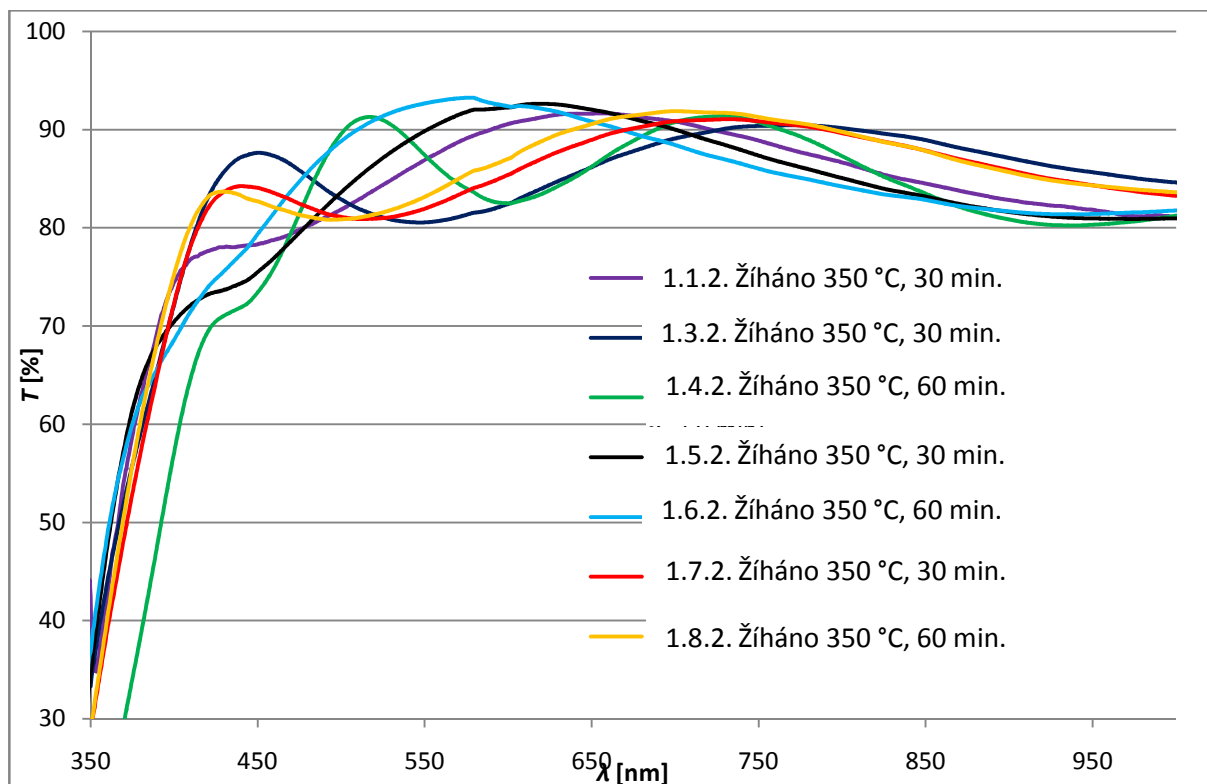
Na obr. 34 je zachycena propustnost dalších vzorků ze série 2 (změna výkonu depozice). V rozmezí od 426 nm do 580 nm má nejlepší propustnost vzorek, který byl žihán 60 min. Vidíme, že maximální propustnost 92,9 % pro nežiháný vzorek je při 588 nm. Pro vzorek žiháný 30 min. je 92,6 % propustnost při 506 nm a pro vzorek žiháný 60 min. 93,3 % propustnost při 564 nm.

Obr. 35 zachycuje propustnost posledních vzorků ze série 2 (změna výkonu depozice). Z obrázku je zřejmé, že od 350 nm do 435 nm a od 526 nm do 796 nm má nejlepší propustnost vzorek, který je žihán 60 min. Maximální propustnost 90,8 % pro nežiháný vzorek je pak při 721 nm. Vzorek žiháný 30 min. má 91,1 % propust při 715 nm a vzorek žiháný 60 min. 92,0 % propustnost při 691 nm.

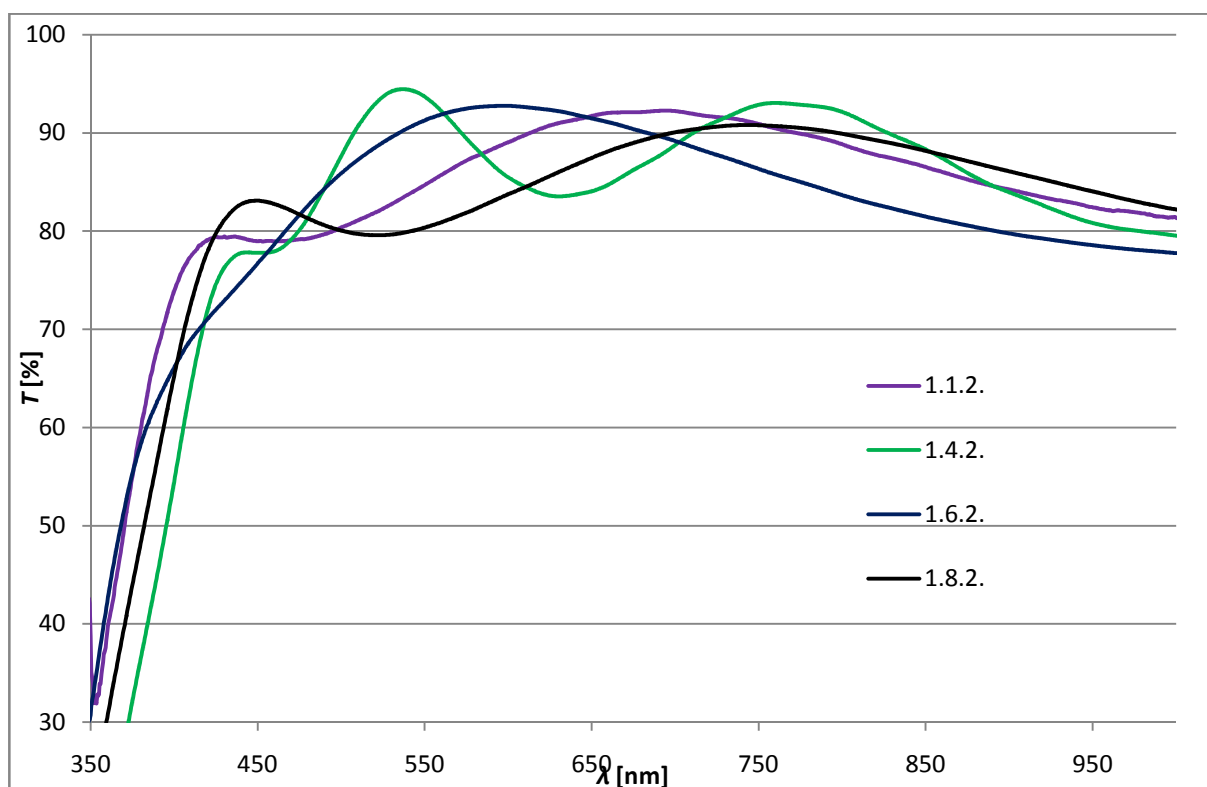


Obr. 35: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.7.2. a 1.8.2.

V obr. 36 jsou zachyceny všechny žihané vzorky ze série 2. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.2. má průměrnou propustnost 86,64 %, vzorek 1.3.2. má 84,01 %, vzorek 1.4.2. má 85,42 %, vzorek 1.5.2. má 86,57 %, vzorek 1.6.2. má 87,47 %, vzorek 1.7.2. má 86,34 % a vzorek 1.8.2. má 86,98 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.6.2, který má následujícími parametry: tlak při depozici vrstvy 0,75 Pa, připouštění reaktivního plynu O₂ 27,5 sccm a inertního plynu Ar 14 sccm, tloušťkou vrstvy 100 nm, výkonem 0,5 kW a dobou žihání 60 min.



Obr. 36: Vliv procesu žíhání na propustnost u série vzorků označené koncovým číslem 2.

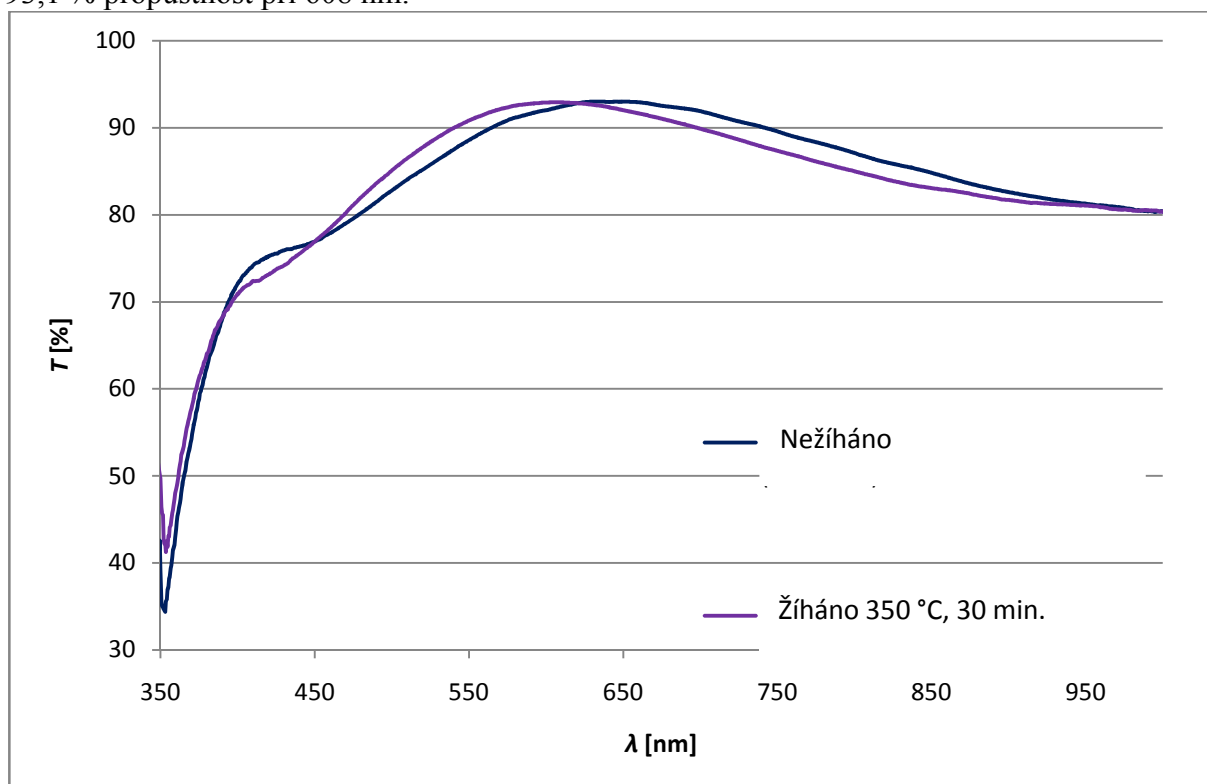


Obr. 37: Propustnost jednotlivých vzorků neprodleně po deposici u série označené koncovým číslem 2.

Obr. 37 pak dokumentuje všechny nežíhané vzorky ze série 2. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla opět zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.2. má průměrnou propustnost 86,77 %, vzorek 1.4.2. má 87,03 %, vzorek 1.6.2. má 86,67 %, vzorek 1.8.2. má 86,67 %.

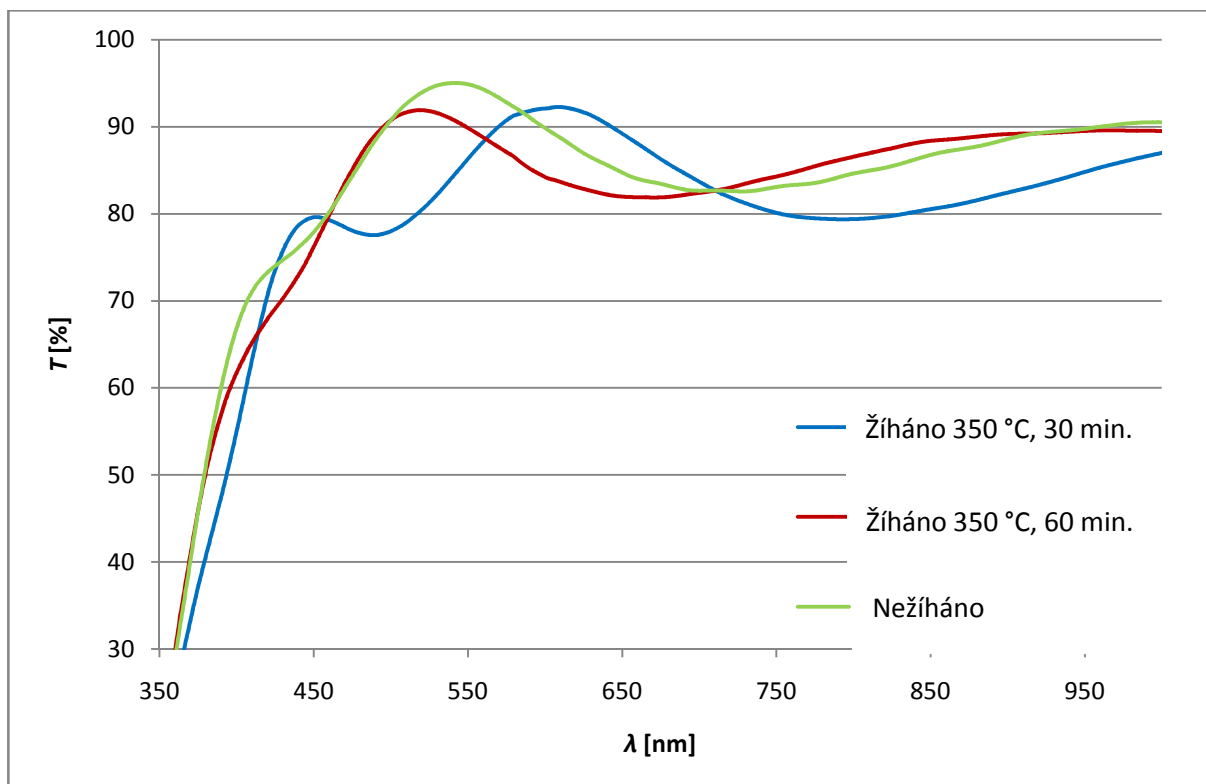
vzorek 1.8.2. má 85,18 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.4.2, tedy vzorek s následujícími parametry: tlak při depozici vrstvy 0,75 Pa, připouštění reaktivního plynu O₂ 27,5 sccm a inertního plynu Ar 14 sccm, tloušťkou vrstvy 200 nm a výkonem 0,1 kW.

Na obr. 38 je zachycena propustnost prvního vzorku ze série 3. Je patrné, že žíhaný vzorek má lepší propustnost v rozmezí od 350nm do 402 nm, od 452 nm do 628 nm. Vidíme, že maximální propustnost 93 % pro nežíhaný vzorek je při 632 nm, pro žíhaný vzorek je 93,1 % propustnost při 608 nm.

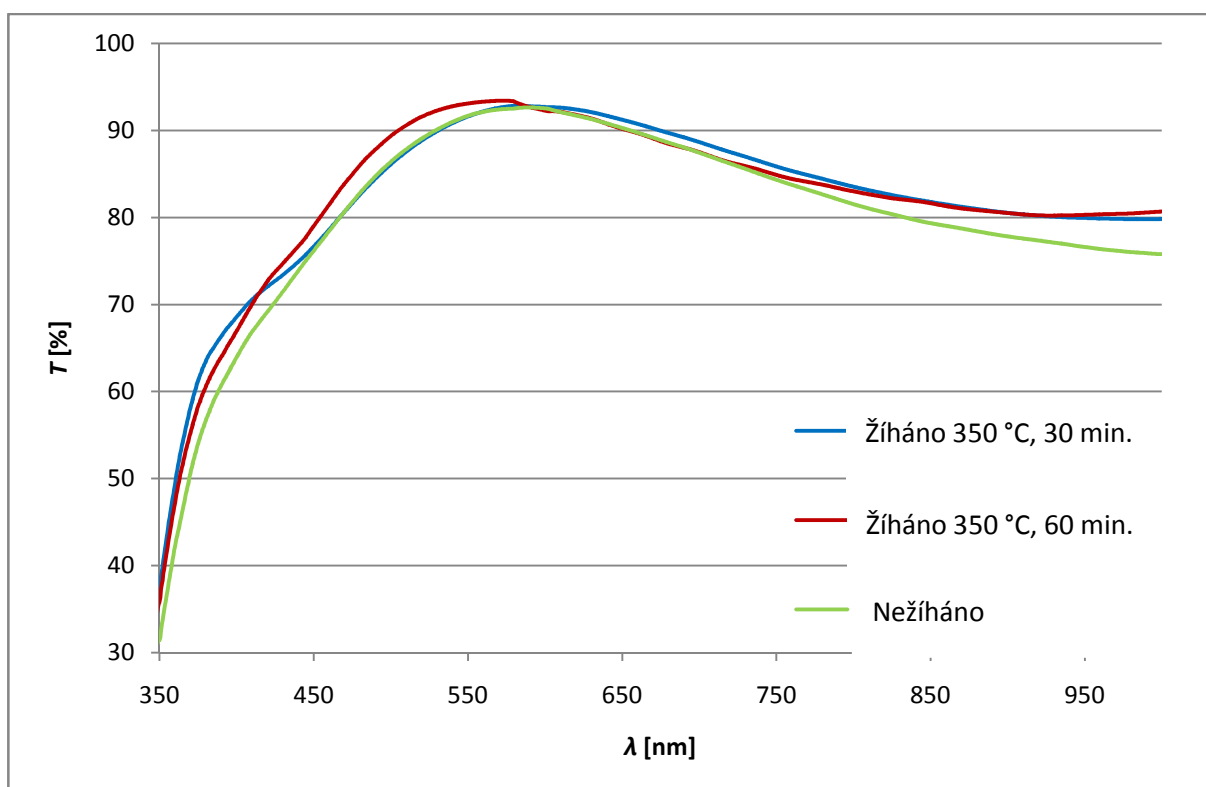


Obr. 38: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorek označený 1.1.3.

Na obr. 39 je dokumentována propustnost vzorků ze série 3 (změna tloušťky vrstvy). Maximální propustnost 95,3 % pro nežíhaný vzorek je při 528 nm, pro vzorek žíhaný 30 min. je 92,4 % propustnost při 598 nm a pro vzorek žíhaný 60 min. 92,0 % propustnost při 500 nm.



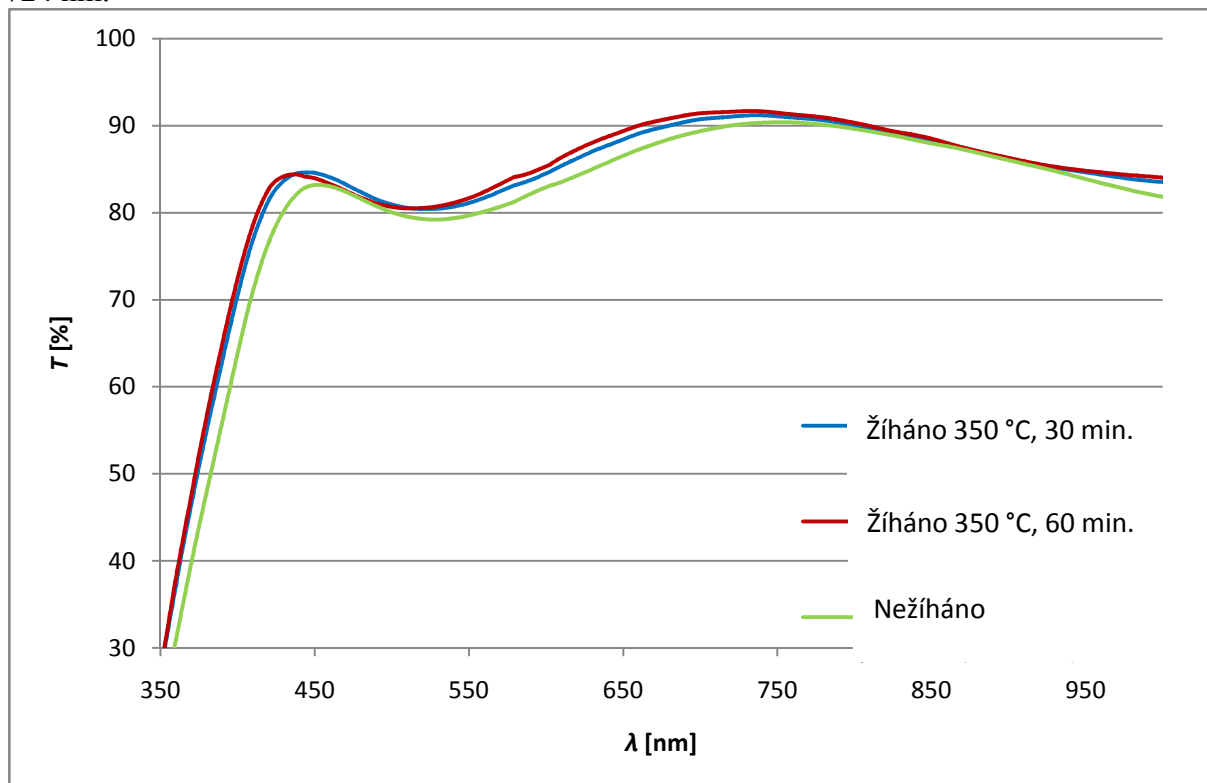
Obr. 39: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.3.3 a 1.4.3.



Obr. 40: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.5.3. a 1.6.3.

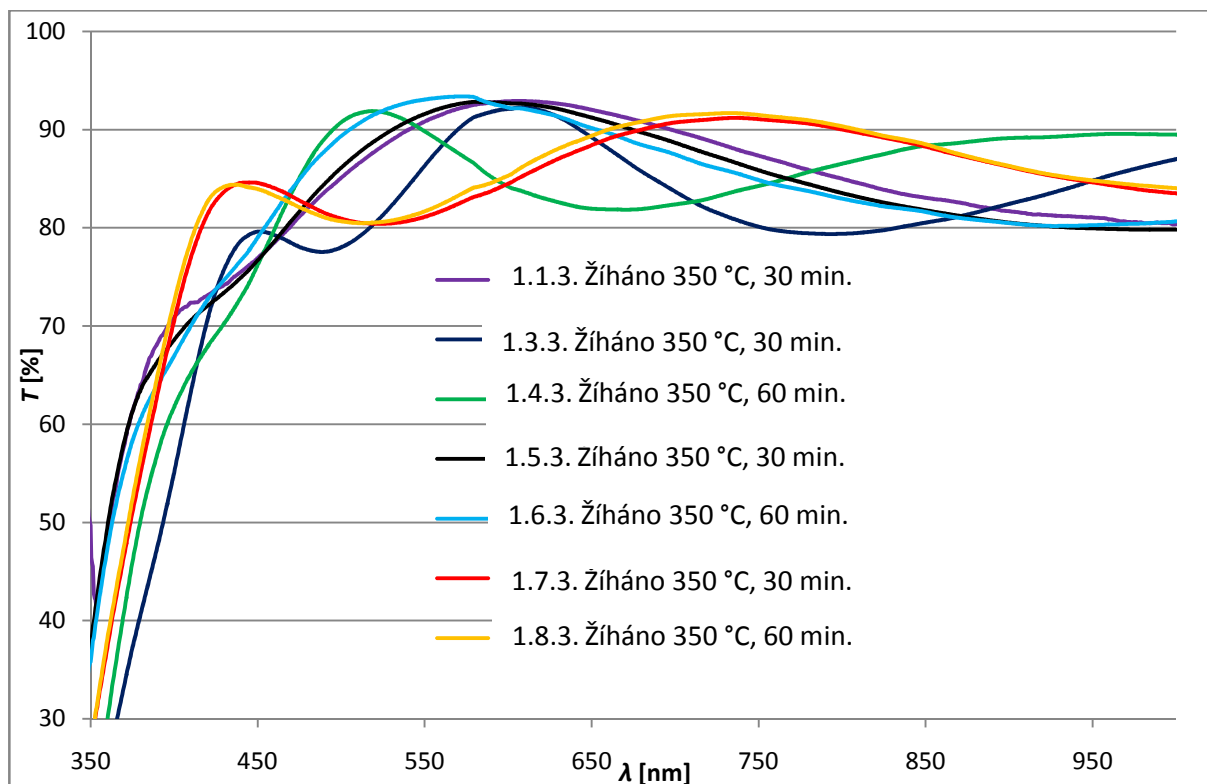
Na obr. 40 je zachycena propustnost dalších vzorků ze série 3 (změna výkonu depozice). V rozmezí od 420 nm do 589 nm má nejlepší propustnost vzorek, který byl žihán 60 min. Je zřejmé, že maximální propustnost 93,0 % pro nežiháný vzorek je při 582 nm. Pro vzorek žiháný 30 min. je 93,0 % propustnost při 576 nm a pro vzorek žiháný 60 min. 93,6 % propustnost při 561 nm.

Obr. 41 zachycuje propustnost posledních vzorků ze série 3 (změna výkonu depozice). Z obrázku vyplývá, že nejhorší propustnost v celém měřeném rozsahu má nežíhaný vzorek. Maximální propustnost 90,4 % pro nežíhaný vzorek je při 733 nm. Vzorek žíhaný 30 min. má 91,3 % propustnost při 727 nm a vzorek žíhaný 60 min. 91,8 % propustnost má při 724 nm.

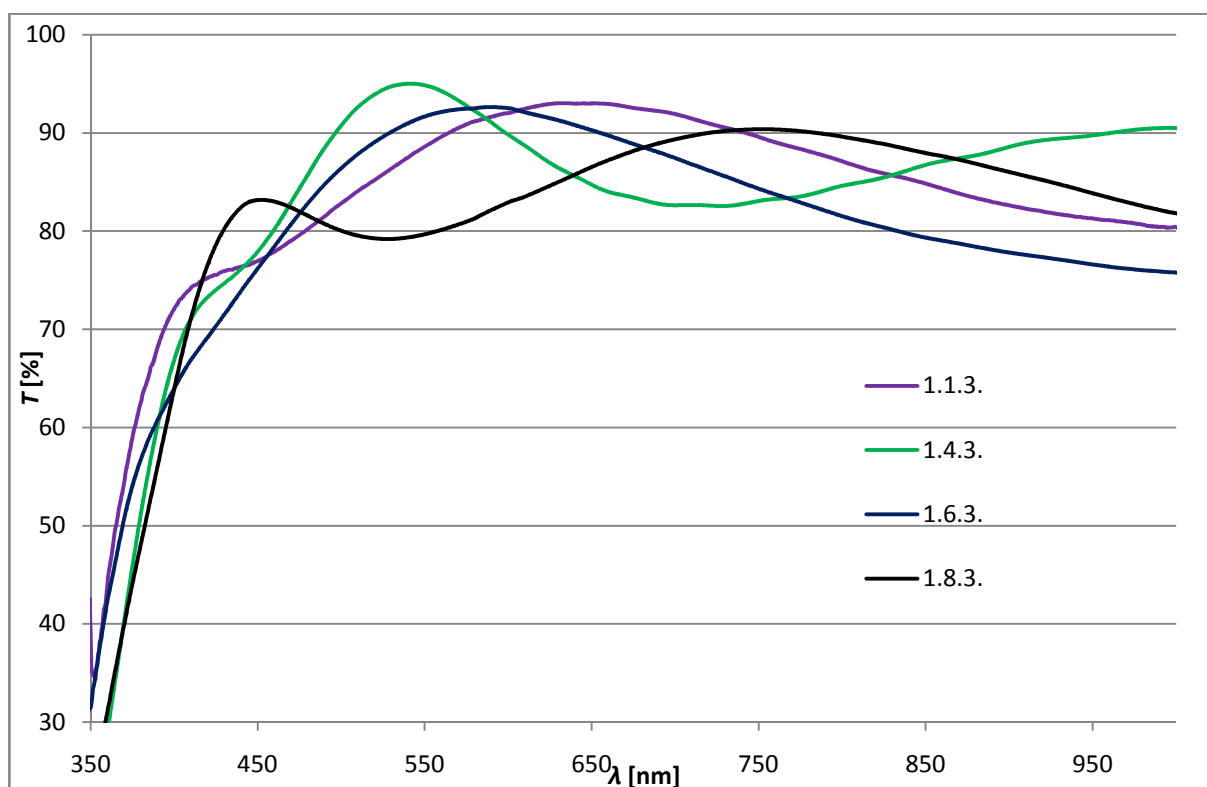


Obr. 41: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.7.3. a 1.8.3.

Obr. 42 dokumentuje všechny žíhané vzorky ze série 3. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.3. má průměrnou propustnost 87,07 %, vzorek 1.3.3. má 83,11 %, vzorek 1.4.3. má 83,82 %, vzorek 1.5.3. má 86,63 %, vzorek 1.6.3. má 87,04 %, vzorek 1.7.3. má 86,10 % a vzorek 1.8.3. má 86,54 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.1.3, který má následující parametry: tlak při depozici vrstvy 0,80 Pa, přípouštění reaktivního plynu O₂ 37,0 sccm a inertního plynu Ar 12 sccm, tloušťkou vrstvy 100 nm, výkonem 0,1 kW a dobou žíhání 30 min.



Obr. 42: Vliv procesu žíhání na propustnost u série vzorků označené koncovým číslem 3.

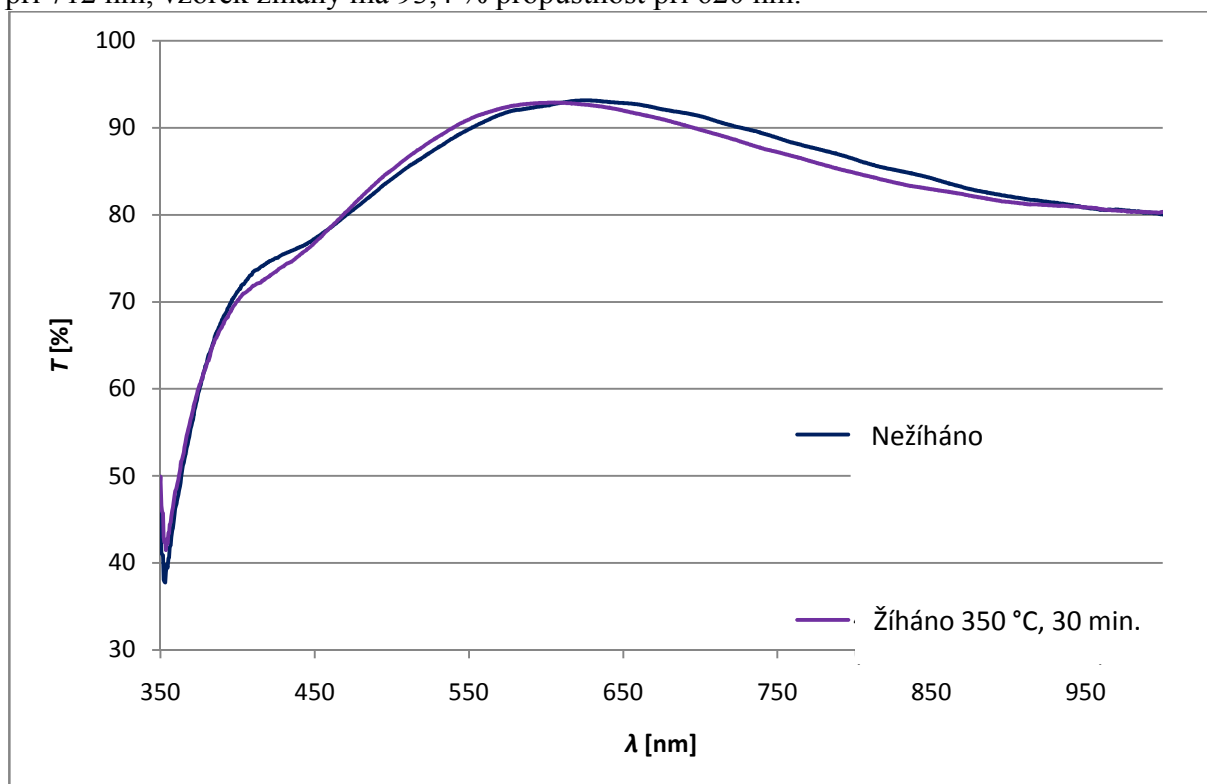


Obr. 43: Propustnost jednotlivých vzorků neprodleně po depozici u série označené koncovým číslem 3.

Na obr. 43 jsou pak zdokumentovány všechny nežíhané vzorky ze série 3. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla opět zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.3. má průměrnou propustnost 87,34 %, vzorek 1.4.3. má 85,60 %, vzorek 1.6.3.

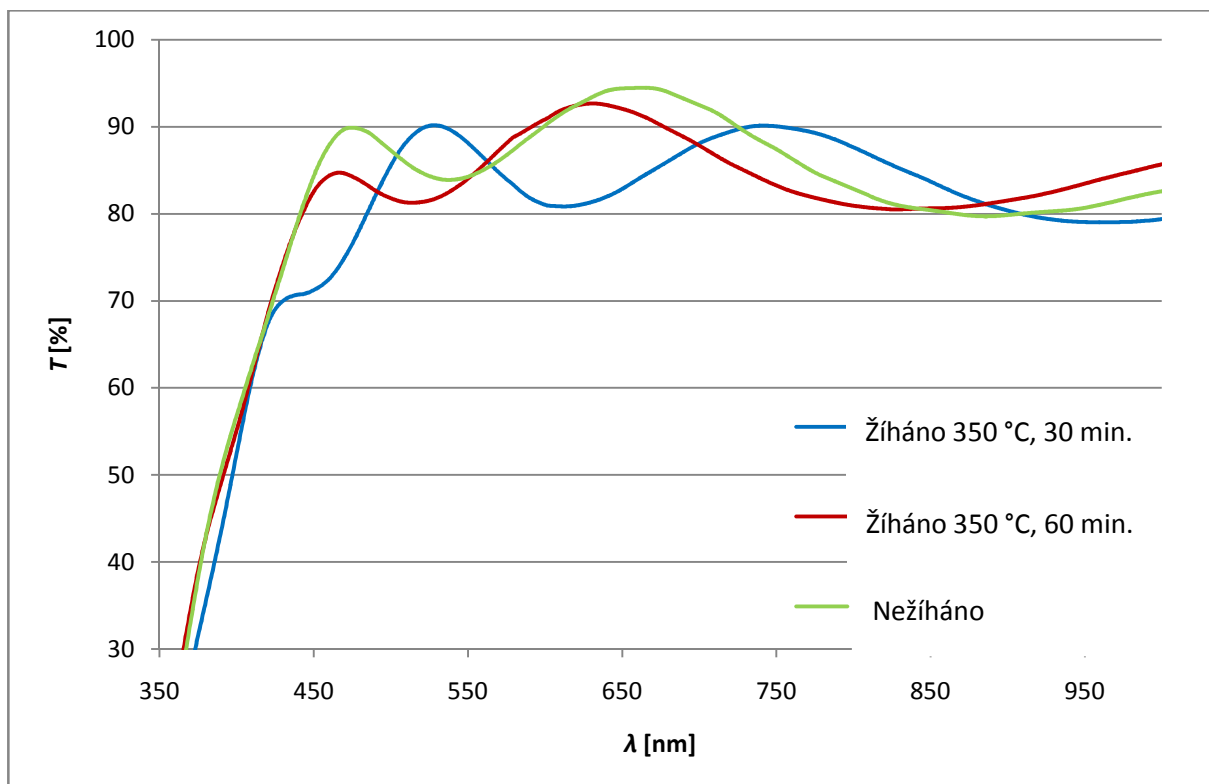
má 85,80 %, vzorek 1.8.3. má 84,64 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.1.3, tedy vzorek s následujícími parametry: tlak při depozici vrstvy 0,80 Pa, připouštění reaktivního plynu O₂ 37,0 scm a inertního plynu Ar 12 scm, tloušťkou vrstvy 200 nm a výkonem 0,1 kW.

Na obr. 44 je zachycena propustnost prvního vzorku ze série 4. V rozmezí od 389 nm do 463 nm je horší propustnost žíhaného vzorku. Od vlnové délky 463 nm do 620 nm má žíhaný vzorek propustnost lepší. Vidíme, že maximální propustnost 93,2 % pro nežíhaný vzorek je při 712 nm, vzorek žíhaný má 93,4 % propustnost při 620 nm.



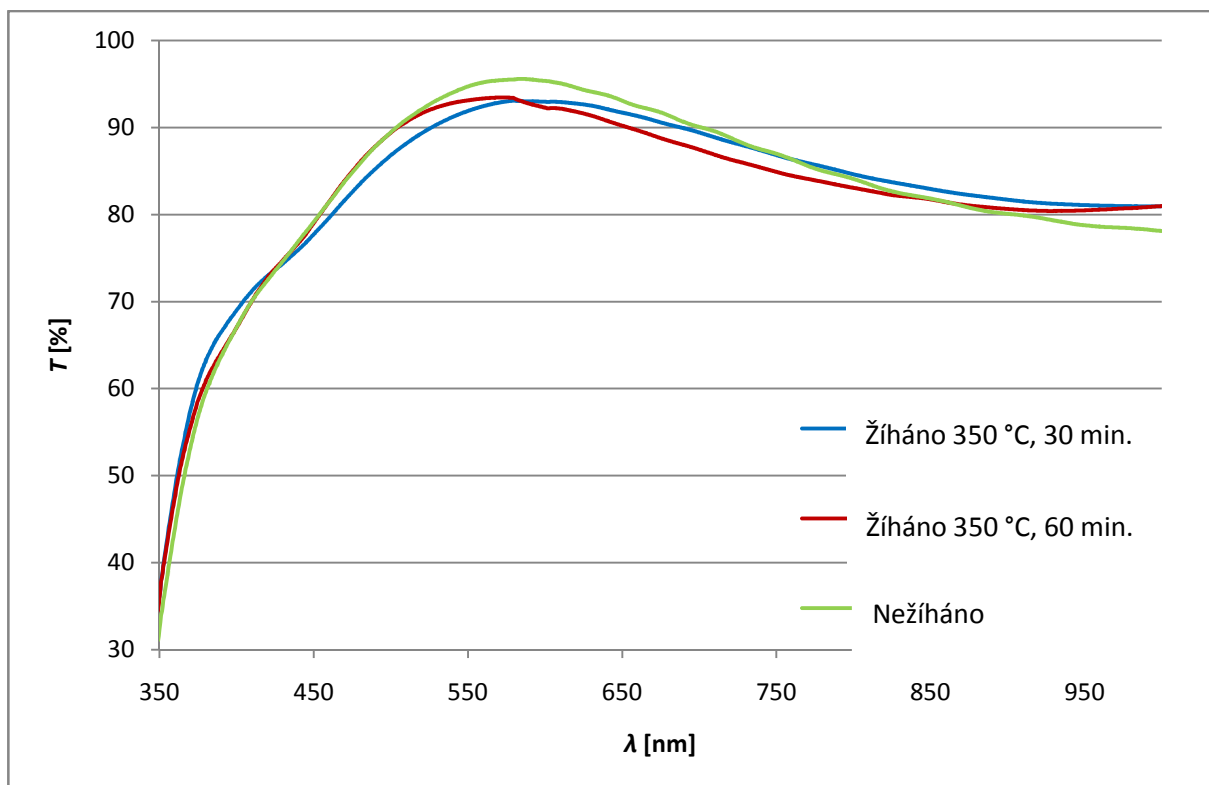
Obr. 44: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorek označený 1.1.4.

Obr. 45 dokumentuje propustnost vzorky ze série 4 (změna tloušťky vrstvy). Maximální propustnost 94,8 % pro nežíhaný vzorek je při 658 nm. Vzorek žíhaný 30 min. má 90,5 % propustnost při 518 nm a vzorek žíhaný 60 min. 92,8 % propustnost při 618 nm.



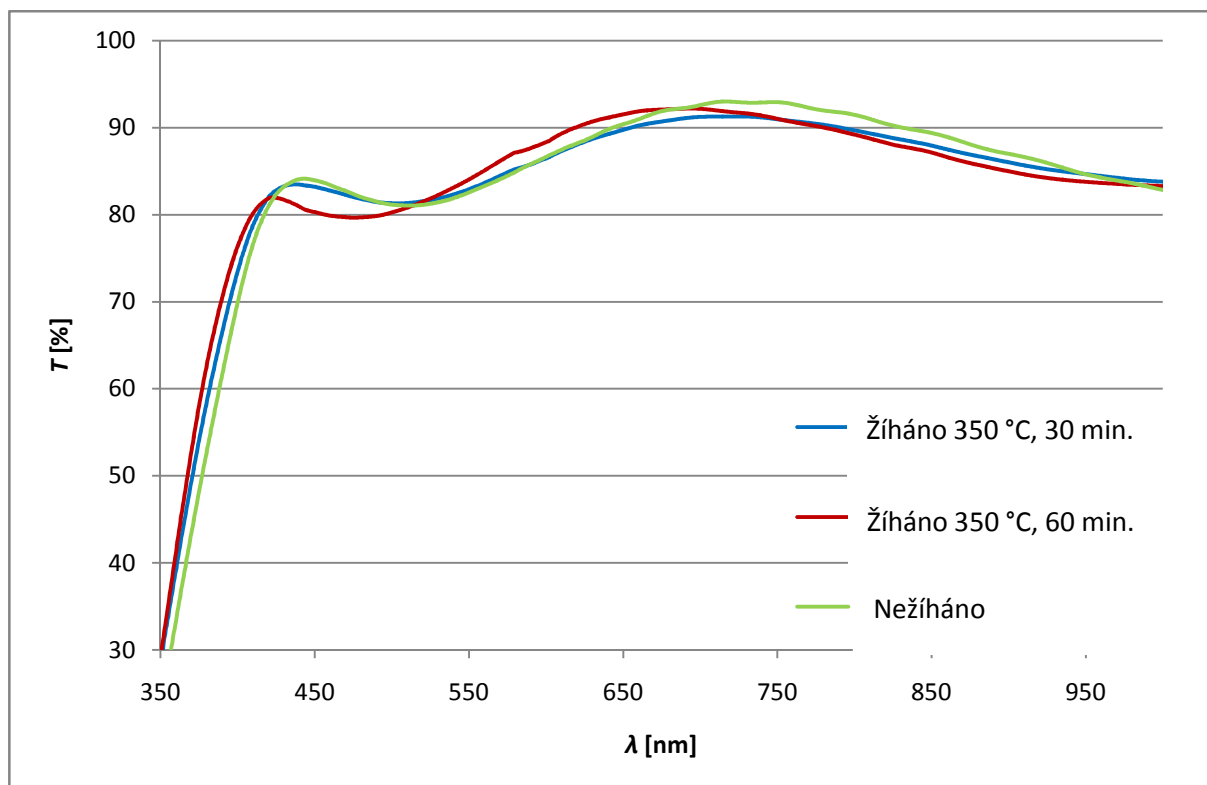
Obr. 45: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.3.4 a 1.4.4.

Na obr. 46 je zachycena propustnost dalších vzorků ze série 4 (změna výkonu depozice). Maximální propustnost 95,7 % pro nežiháný vzorek je při 573 nm. Pro vzorek žiháný 30 min. je 93,1 % propustnost při 594 nm a pro vzorek žiháný 60 min. je 93,5 % propustnost při 558 nm.



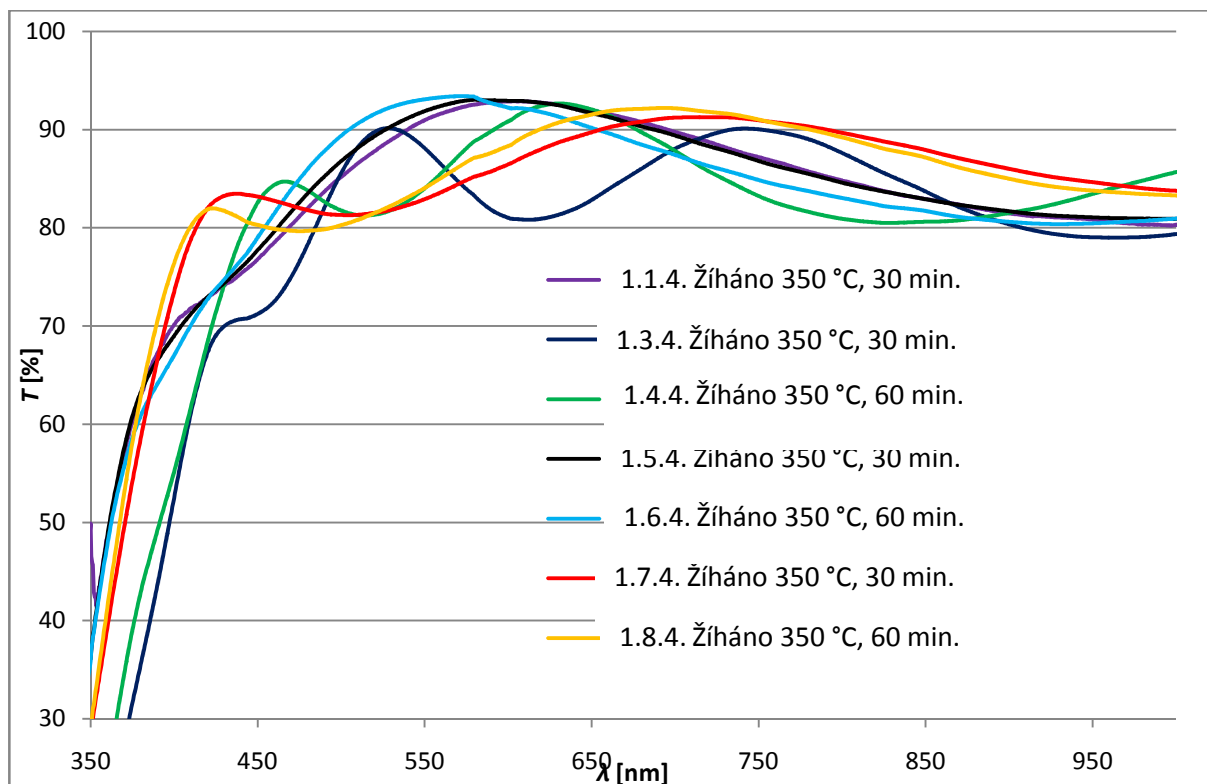
Obr. 46: Vliv procesu žihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.5.4. a 1.6.4.

Konečně na obr. 47 je dokumentována propustnost posledních vzorků ze série 4 (změna výkonu depozice). Z obrázku je zřejmé, že od 350 nm do 422 nm a od 524 nm do 698 nm má nejlepší propustnost vzorek, který je žíhán 60 min. Maximální propustnost 93,1 % pro nežíháný vzorek je při 700 nm. Vzorek žíháný 30 min. má 91,3 % propustnost při 685 nm a vzorek žíháný 60 min. 92,3 % propustnost při 682 nm.

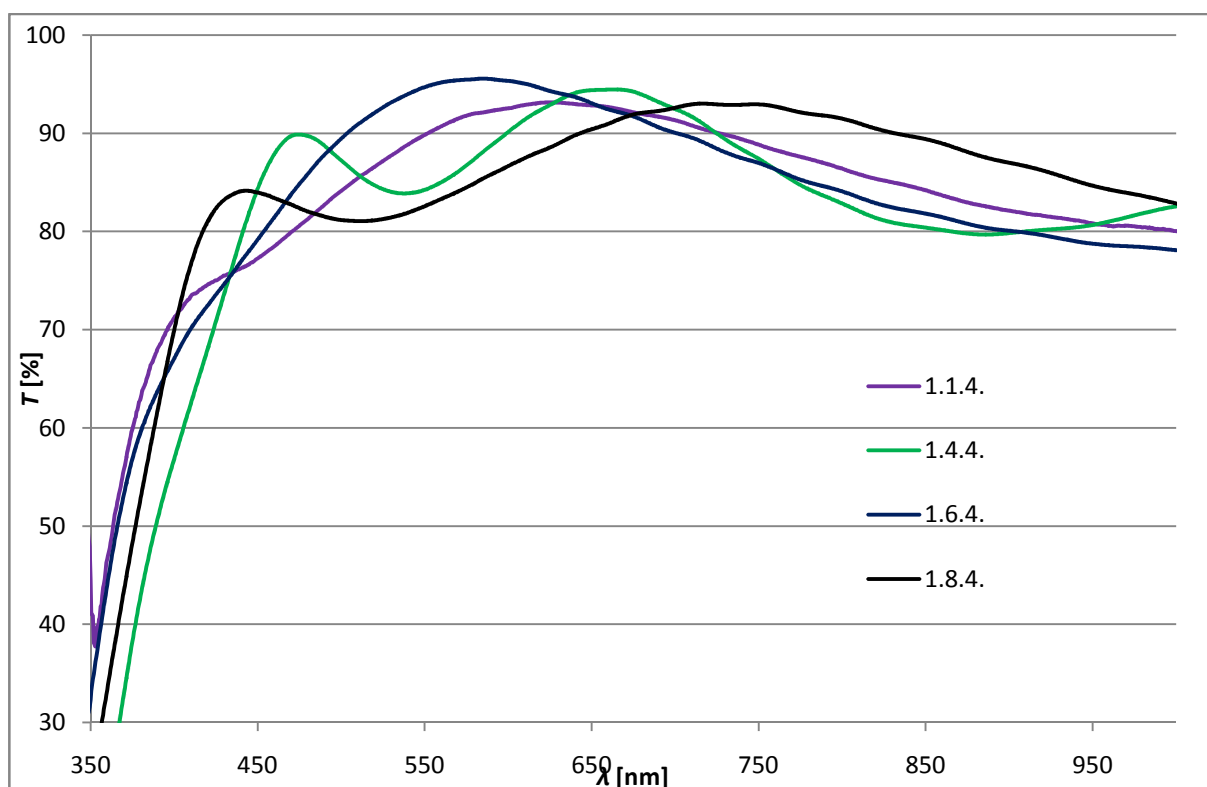


Obr. 47: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.7.4. a 1.8.4.

V obr. 48 jsou zachyceny všechny žíhané vzorky ze série 4. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.4. má průměrnou propustnost 87,01 %, vzorek 1.3.4. má 83,61 %, vzorek 1.4.4. má 84,82 %, vzorek 1.5.4. má 87,31 %, vzorek 1.6.4. má 87,05 %, vzorek 1.7.4. má 86,67 % a vzorek 1.8.4. má 86,92 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.5.4, tedy vzorek s následujícími parametry: tlak při depozici vrstvy 0,85 Pa, připouštění reaktivního plynu O₂ 46 scm a inertního plynu Ar 10 scm, tloušťkou vrstvy 100 nm, výkonem 0,5 kW a dobou žíhání 30 min.



Obr. 48: Vliv procesu žíhání na propustnost u série vzorků označené koncovým číslem 4.

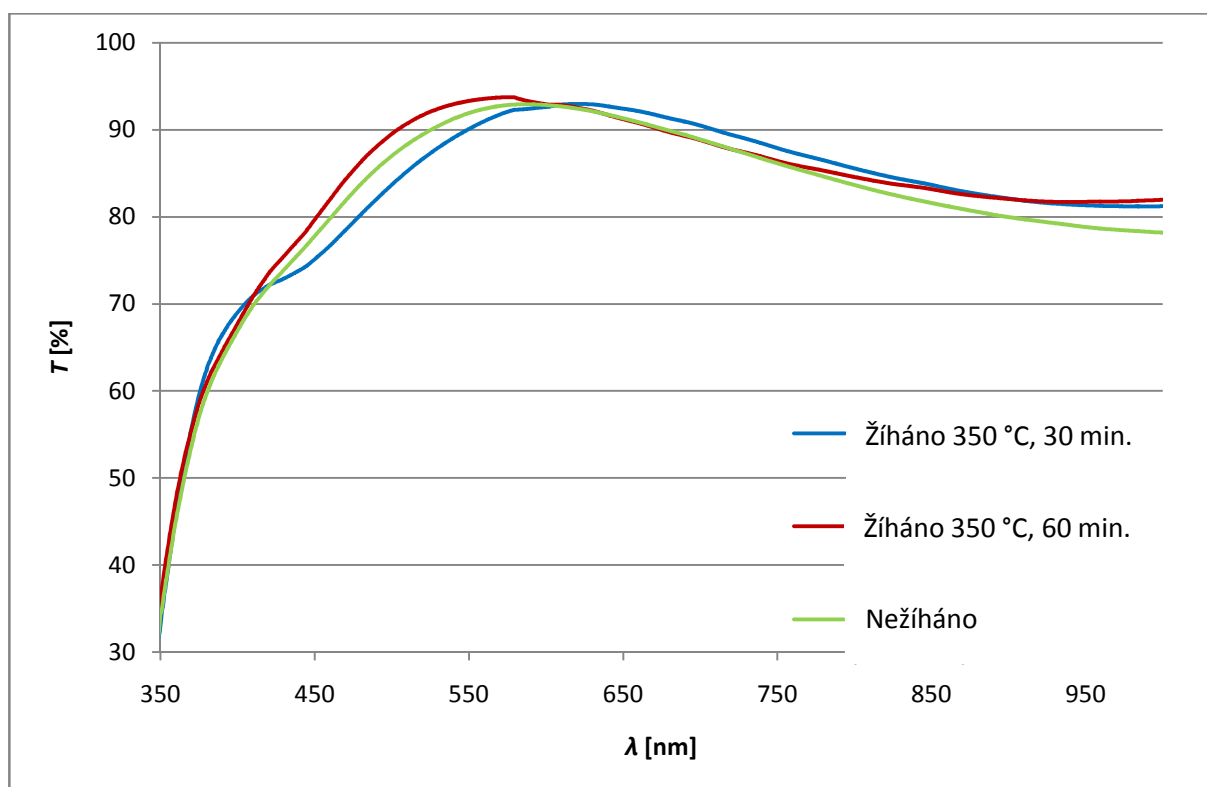


Obr. 49: Propustnost jednotlivých vzorků neprodleně po depozici u série označené koncovým číslem 4.

Na obr. 49 jsou zachyceny všechny nežíhané vzorky ze série 4. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla opět zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.4. má průměrnou propustnost 87,47 %, vzorek 1.4.4. má 87,21 %, vzorek 1.6.4. má 88,63 %, vzorek 1.8.4. má 87,30 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek

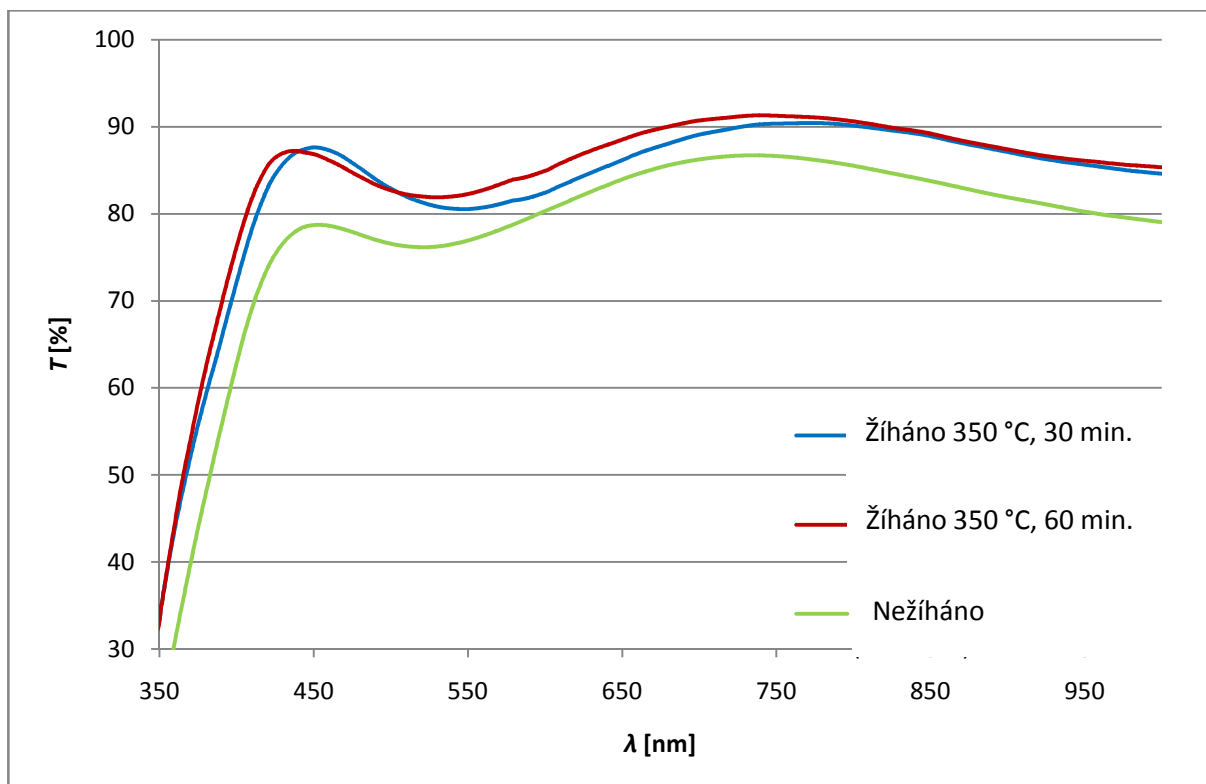
označený 1.6.4, která má následující parametry: tlak při depozici vrstvy 0,85 Pa, připouštění reaktivního plynu O₂ 46,0 sccm a inertního plynu Ar 10 sccm, tloušťkou vrstvy 100 nm a výkonem 0,5 kW.

Na obr. 50 je dokumentována propustnost vzorků ze série 5. Z obrázku je zřejmé, že od 405 nm do 582 nm má nejlepší propustnost vzorek, který je žíhán 60 min. Maximální propustnost 92,8 % pro nežíháný vzorek je při 570 nm. Pro vzorek žíháný 30 min. je 93,1 % propustnost při 615 nm a pro vzorek žíháný 60 min. 93,8 % propustnost při 518 nm. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.5. má průměrnou propustnost 86,76 % a vzorek 1.2.5. má průměrnou propustnost 87,89 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.2.5, který má následující parametry: tlak při depozici vrstvy 0,95 Pa, připouštění reaktivního plynu O₂ 50 sccm a inertního plynu Ar 5 sccm, tloušťkou vrstvy 100 nm, výkonem 0,1 kW a dobou žíhání 60 min. Vzorek nežíháný měl průměrnou propustnost 86,98 %.



Obr. 50: Vliv procesu žíhání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.1.5 a 1.2.5.

Na obr. 51 je zachycena propustnost vzorků ze série 6. Z obrázku je zřejmé, že nejhorší propustnost v celém měřeném rozsahu má nežíháný vzorek. Maximální propustnost 86,7 % pro nežíháný vzorek je při 723 nm. Pro vzorek žíháný 30 min. má 90,4 % propustnost při 741 nm a vzorek žíháný 60 min. 91,4 % propustnost při 723 nm. Jako parametr pro další hodnocení vzorků byla opět zvolena nejlepší propustnost v oblasti viditelného spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Z naměřených hodnot optického spektra jsme vypočítali průměr. Vzorek 1.1.6. má průměrnou propustnost 85,86 % a vzorek 1.2.6. má průměrnou propustnost 87,05 %. Nejlepší průměrnou propustnost ve viditelném spektru má vzorek označený 1.2.6, tedy vzorek s následujícími parametry: tlak při depozici vrstvy 0,70 Pa, připouštění inertního plynu Ar 50 sccm, tloušťkou vrstvy 100 nm, výkonem 0,1 kW a dobou žíhání 60 min. Vzorek nežíháný měl průměrnou propustnost 81,38 %.



Obř. 51: Vliv procesu ťihání na propustnost elektromagnetického záření pro vzorky označeny 1.1.6 a 1.2.6.

Shrnutí výsledku měřeni propustnosti v oblasti viditelného spektra je uvedeno v tab. 3.

Tab. 3: Průměrná hodnota propustnosti ve viditelné části spektra. A) ťihané vzorky 30 minut, B) ťihané vzorky 60 minut, C) nežihané vzorky

A)

Označení vzorku	Propustnost
	\emptyset [%]
1.1.1.	86,95
1.1.2.	86,77
1.1.3.	87,34
1.1.4.	87,47
1.2.5.	86,98
1.2.6.	81,38
1.4.1.	82,70
1.4.2.	87,03
1.4.3.	85,60
1.4.4.	87,21
1.6.1.	88,99
1.6.2.	86,67
1.6.3.	85,80
1.6.4.	88,63
1.8.1.	87,52
1.8.2.	85,18
1.8.3.	84,64
1.8.4.	87,30
\emptyset	86,34

B)

Označení vzorku	Propustnost
	\emptyset [%]
1.1.1.	86,83
1.1.2.	86,64
1.1.3.	87,07
1.1.4.	87,00
1.1.5.	86,76
1.1.6.	85,86
1.3.1.	83,06
1.3.2.	84,01
1.3.3.	83,11
1.3.4.	83,61
1.5.1.	86,96
1.5.2.	86,57
1.5.3.	86,63
1.5.4.	87,31
1.7.1.	86,05
1.7.2.	86,34
1.7.3.	86,10
1.7.4.	86,67
\emptyset	85,92

C)

Označení vzorku	Propustnost
	\emptyset [%]
1.2.5.	87,89
1.2.6.	87,05
1.4.1.	84,60
1.4.2.	85,42
1.4.3.	83,81
1.4.4.	84,82
1.6.1.	87,84
1.6.2.	87,47
1.6.3.	87,03
1.6.4.	87,04
1.8.1.	86,85
1.8.2.	86,98
1.8.3.	86,54
1.8.4.	86,92
\emptyset	86,45

Z výše uvedených výsledků vyplývá, že nejvyšší průměrnou propustnost v oblasti viditelného spektra mají vzorky žíhané po dobu 30 minut. Mezi žíhanými vzorky po dobu 60 minut má nejlepší propustnost ve viditelném spektru vzorek označený jako 1.2.5. s propustností 87,89 %. Mezi vzorky žíhanými 30 minut má nejlepší propustnost vzorek 1.5.4. s propustností 87,31 % ve viditelném spektru. Vzorek označený jako 1.6.1. s propustností 88,99 % má nejlepší propustnost ve viditelném spektru mezi nežíhanými vzorky.

8.1.5. Měření plošného odporu na neohraničené ploše

Měření probíhalo na Ústavu mikroelektrotechnologie, kde je k dispozici plně automatická sestava označená jako Keithley 4200-SCS s pracovním stolem od Cascade Microtech M150. Tato sestava se využila na měření plošného odporu na neohraničené ploše.



Obr. 52: Sestava na měření plošného odporu

Proud pro měření odporu byl nastavený na 1 mA. Měření probíhalo při teplotě okolí $\vartheta = 23,7\text{ }^{\circ}\text{C}$, atmosférického tlaku $p = 1007,1\text{ hPa}$, relativní vlhkosti $\varphi = 53,5\text{ }\%$.

Změny plošného odporu vlivem žíhání u série 1 jsou znázorněny v tab. 4. Je patrné, že proces žíhání zlepšuje odporové vlastnosti dané vrstvy. U vzorku, který byl žíhaný, oproti vzorku, který nebyl žíhaný, se plošný odpor cca 4x zmenšil.

Tab. 4: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1, 1.1.1. a 1.2.1.

Označení série	Plošný odpor R [Ω/\square]	Depoziční parametry			
		Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1. ¹⁾	575,7652	0,75	18,5	16	0,1
1.1.1. ¹⁾	572,4062				
1.1.1. ²⁾	2169,3874				
1.2.1. ³⁾	992,3098				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Nežíháno.

³⁾ Žíhání bylo provedeno v naprašovacím zařízení. Tlak komory byl nastaven na 0,75 Pa a byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven na 10 °C/min. Teplota žíhání 300 °C po dobu 30 min.

Změny plošného odporu vlivem žíhání u dalších vzorků ze série 1 jsou znázorněno v tab. 5. Je zřejmé, že i zde proces žíhání zlepšuje odporové vlastnosti dané vrstvy. U vzorku, který byl žíháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 14x zmenšil. Vzorek, který byl žíháný 60 min., má snížený plošný odpor cca 22x.

Tab. 5: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.3.1. a 1.4.1.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.3.1. ¹	796,3279	0,75	18,5	16	0,1
1.4.1. ²	559,7433				
1.4.1. ³	11946,1368				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

Změny plošného odporu vlivem žíhání u dalších vzorků ze série 1 jsou znázorněny v tab. 6. I v tomto případě se potvrzuje, že proces žíhání zlepšuje hodnoty odporu. U vzorku, který byl žíháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 26x zmenšil.

Tab. 6: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.5.1. a 1.6.1.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.5.1. ¹	488,4102	0,75	18,5	16	0,5
1.6.1. ²	479,8379				
1.6.1. ³	13768,3479				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

I v případě poslední skupiny vzorků série 1, znázorněných v tab. 7, proces žíhání zlepšil hodnoty odporové vrstvy. U vzorku, který byl žíháný, oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 22x zmenšil.

Tab. 7: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.7.1. a 1.8.1.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.7.1. ¹	447,3466	0,75	18,5	16	1,0
1.8.1. ²	447,1474				
1.8.1. ³	9914,5025				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

V tab. 4, tab. 5, tab. 6 a tab. 7 jsou zachyceny všechny vzorky ze série 1. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejnižší hodnota plošného odporu. Z tab. 4 a tab. 5 je zřejmé, že změna plošného odporu na substrátu o vrstvě 200 nm je při žíhání 30 minutovém o 222,2248 Ω/\square větší než u 100 nm. Pokud byla vrstva 200 nm žíhaná po dobu 60 minut, je vrstva 200 nm menší o 14,3598 Ω/\square než vrstva 100 nm. Z hodnot nežíhaných vzorků je patrné, že vrstva 100 nm má 5,5x menší plošný odpor než vrstva 200 nm. Z tab. 4, tab. 5, tab. 6 a tab. 7 vyplývá, že proces žíhání snižuje hodnotu plošného odporu u všech vzorků. Vidíme, že u výkonu nanášení 0,1 kW je rozdíl mezi dobou žíhání 30 minutovým a 60 minutovým o 236,5846 Ω/\square . Dále je patrné, že se zvyšujícím výkonem depozice vliv žíhání na deponovanou vrstvu klesá. Nejnižší hodnotu plošného odporu 447,1474 Ω/\square má vzorek 1.8.1., který byl žíhán po dobu 60 minut. Pro nežíhaný vzorek má nejnižší hodnotu 2169,3874 Ω/\square vzorek 1.1.1.

Změny plošného odporu u vzorků ze série 2 vlivem žíhání jsou znázorněny v tab. 8. Je patrné, že i v případě této série proces žíhání zlepšuje odporové vlastnosti dané vrstvy. U vzorku, který byl žíhaný, oproti vzorku, který nebyl žíhaný, se plošný odpor cca 16x zmenšil.

Tab. 8: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 2, 1.1.2. a 1.2.2.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
2. ¹⁾	575,7638	0,75	27,5	14	0,1
1.1.2. ¹⁾	571,1155				
1.1.2. ²⁾	9175,3762				
1.2.2. ³⁾	996,8078				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Nežíháno.

³⁾ Žíhání bylo provedeno v naprašovacím zařízení. Tlak komory byl nastaven na 0,75 Pa a byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven na 10 °C/min. Teplota žíhání 300 °C po dobu 30 min.

Tab. 9 zachycuje další vzorky ze série 2. V tomto případě se u vzorku, který byl žíhaný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žíhaný, plošný odpor cca 25x zmenšil. Vzorek, který byl žíhaný 60 min., má snížený plošný odpor cca 20x.

Tab. 9: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.3.2. a 1.4.2.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.3.2. ¹⁾	451,7651	0,75	27,5	14	0,1
1.4.2. ²⁾	581,7928				
1.4.2. ³⁾	11475,2497				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

Změny plošného odporu vlivem žíhání u dalších vzorků ze série 2 jsou znázorněny v tab. 10. U vzorku, který byl žíháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 28x zmenšil. Vzorek, který byl žíháný 60 min., má snížený plošný odpor cca 26x.

Tab. 10: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.5.2. a 1.6.2.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.5.2. ¹	448,2647	0,75	27,5	14	0,5
1.6.2. ²	488,5738				
1.6.2. ³	12773,4489				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

Poslední vzorky ze série 2 jsou znázorněny v tab. 11. U vzorku, který byl žíháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 29x zmenšil. Vzorek, který byl žíháný 60 min., má snížený plošný odpor cca 32x.

Tab. 11: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.7.2. a 1.8.2.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.7.2. ¹	450,5408	0,75	27,5	14	1,0
1.8.2. ²	413,2024				
1.8.2. ³	13290,8426				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

V tab. 8, tab. 9, tab. 10 a tab. 11 jsou zobrazeny všechny vzorky ze série 2. I v případě této série je potvrzeno, že proces žíhání snižuje hodnotu plošného odporu u všech vzorků. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejnižší hodnota plošného odporu. Z tab. 8 a tab. 9 je zřejmé, že změna plošného odporu na substrátu o vrstvě 200 nm je při žíhání 30 minutovém o 121,6745 Ω/\square nižší než u 100 nm. Pokud byla vrstva 200 nm žíháná po dobu 60 minut je vrstva 200 nm větší o 8,3532 Ω/\square než vrstva 100 nm. Z hodnot nežíháných vzorků je patrné, že vrstva 100 nm má 1,3x menší plošný odpor než vrstva 200 nm. U výkonu nanášení 0,1 kW je rozdíl mezi dobou žíhání 30 minutovým a 60 minutovým o 130,0277 Ω/\square ve prospěch žíhání 30 min. Dále je patrné, že doba žíhání 30 minut je ideální pro vzorky v tab. 9 a tab. 10. Pro vzorek v tab. 11 je ideální doba žíhání 60 minut. Nejnižší hodnotu plošného odporu 413,2024 Ω/\square má vzorek 1.8.2., který byl žíhán po dobu 60 minut. Pro nežíháný vzorek má nejnižší hodnotu 9175,3762 Ω/\square vzorek 1.1.2.

Změny plošného odporu vlivem žíhání u vzorků ze série 3 jsou znázorněny v tab. 12. Je patrné, že i v případě této série proces žíhání zlepšuje odporové vlastnosti dané vrstvy. U vzorku, který byl žíháný, oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 8x zmenšil. Experiment žíhání v naprašovacím zařízení nebyl uskutečněný z důvodu překvalifikace parametrů zařízení. Nyní výrobce udává, že ohřívání komory doporučuje maximálně do 80 °C. Tato teplota nevyhovuje procesu žíhání.

Tab. 12: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 3, 1.1.3. a 1.2.3.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
3. ¹⁾	585,7379	0,80	37	12	0,1
1.1.3. ¹⁾	586,9294				
1.1.3. ²⁾	4519,5472				
1.2.3. ³⁾	-				

Pozn: ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Nežíháno.

³⁾ Žíhání bylo provedeno v naprašovacím zařízení. Tlak komory byl nastaven na 0,75 Pa a byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven na 10 °C/min. Teplota žíhání 300 °C po dobu 30 min.
- Neměřeno z důvodu změny parametrů naprašovacího zařízení od výrobce

Změny plošného odporu vlivem žíhání u další části vzorků ze série 3 jsou znázorněny v tab. 13. U vzorku, který byl žíháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 11x zmenšil. Vzorek, který byl žíháný 60 min., má snížený plošný odpor cca 20x.

Tab. 13: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.3.3. a 1.4.3.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.3.3. ¹⁾	1227,1872	0,80	37,0	12	0,1
1.4.3. ²⁾	649,1057				
1.4.3. ³⁾	13108,8842				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

Tab. 14 dokumentuje další část vzorků ze série 3. Je patrné, že proces žíhání zlepšuje odporové vlastnosti dané vrstvy. U vzorku, který byl žíháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 29x zmenšil. Vzorek, který byl žíháný 60 min., má snížený plošný odpor cca 27x.

Tab. 14: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.5.3. a 1.6.3.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.5.3. ¹	476,6109	0,80	37,0	12	0,5
1.6.3. ²	500,1966				
1.6.3. ³	13547,5021				

Pozn. : ¹⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežiháno

V poslední tab. 15 jsou zachyceny změny plošného odporu vlivem žihání u posledních vzorků ze série 3. U vzorku, který byl žiháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žiháný, se plošný odpor cca 31x zmenšil. Vzorek, který byl žiháný 60 min., má snížený plošný odpor cca 33x.

Tab. 15: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.7.3. a 1.8.3.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.7.3. ¹	448,0692	0,80	37,0	12	1,0
1.8.3. ²	415,3905				
1.8.3. ³	13853,1742				

Pozn. : ¹⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežiháno

V tab. 12, tab. 13, tab. 14 a tab. 15 jsou zachyceny všechny vzorky ze série 3. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejnižší hodnota plošného odporu. Z tab. 12, tab. 13, tab. 14 a tab. 15 je zřejmé, že proces žihání snižuje hodnotu plošného odporu u všech vzorků. Dále je patrné, že doba žihání 30 minut je ideální pro vzorek v tab. 14. Pro vzorky v tab. 13 a tab. 15 je ideální doba žihání 60 minut. Z tab. 13 vidíme, že u výkonu nanášení 0,1 kW je rozdíl mezi dobou žihání 30 minutovým a 60 minutovým o 578,0943 Ω/\square ve prospěch 60 min. Z tab. 12 a tab. 13 je zřejmé, že změna plošného odporu na substrátu o vrstvě 200 nm je při žihání 30 minutovém o 640,8663 Ω/\square vyšší než u 100 nm. Pokud byla vrstva 200 nm žihána po dobu 60 minut je vrstva 200nm větší o 62,7720 Ω/\square než vrstva 100 nm. Z hodnot nežiháných vzorků je patrné, že vrstva 100 nm má 2,9x menší plošný odpor než vrstva 200 nm. Nejnižší hodnotu plošného odporu 415,3905 Ω/\square má vzorek 1.8.3., který byl žihán po dobu 60 minut. Pro nežiháný vzorek má nejnižší hodnotu 4519,5472 Ω/\square vzorek 1.1.3.

Změny plošného odporu vlivem žihání u vzorků ze série 4 jsou znázorněny v tab. 16. I v případě této série se potvrzuje, že proces žihání zlepšuje odporové vlastnosti dané vrstvy. U vzorků, které byly žihány, oproti vzorku, který nebyl žiháný, se plošný odpor cca 4x zmenšil. Experiment žihání v naprašovacím zařízení nebyl uskutečněný z důvodu překvalifikace parametrů zařízení. Nyní výrobce udává, že ohřívání komory doporučuje maximálně do 80 °C. Tato teplota nevyhovuje procesu žihání.

Tab. 16: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 4, 1.1.4. a 1.2.4.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
4. ¹⁾	550,9420	0,85	46	10	0,1
1.1.4. ¹⁾	551,9179				
1.1.4. ²⁾	1999,2982				
1.2.4. ³⁾	-				

Pozn: ¹⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Nežiháno.

³⁾ Žihání bylo provedeno v naprašovacím zařízení. Tlak komory byl nastaven na 0,75 Pa a byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven na 10 °C/min. Teplota žihání 300 °C po dobu 30 min.
- Neměřeno z důvodu změny parametrů naprašovacího zařízení od výrobce

Změny plošného odporu vlivem žihání u dalších vzorů ze série 4 jsou znázorněny v tab. 17. U vzorku, který byl žiháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žiháný, se plošný odpor cca 14x zmenšil. Vzorek, který byl žiháný, 60 min. má snížený plošný odpor cca 29x.

Tab. 17: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.3.4. a 1.4.4.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.3.4. ¹⁾	1050,7824	0,85	46,0	10	0,1
1.4.4. ²⁾	519,2236				
1.4.4. ³⁾	14958,9689				

Pozn. : ¹⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežiháno

Tab. 18 dokumentuje odporové vlastnosti u dalších vzorků ze série 4. U vzorku, který byl žiháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žiháný, se plošný odpor cca 27x zmenšil. Vzorek, který byl žiháný 60 min. má snížený plošný odpor cca 26x.

Tab. 18: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.5.4. a 1.6.4.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.5.4. ¹⁾	496,9970	0,85	46,0	10	0,5
1.6.4. ²⁾	504,4919				
1.6.4. ³⁾	13168,5563				

Pozn. : ¹⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žihání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežiháno

Změny plošného odporu vlivem žíhání jsou u posledních vzorků ze série 4 znázorněny v tab. 19. U vzorku, který byl žíháný 30 min., oproti vzorku, který nebyl žíháný, se plošný odpor cca 27x zmenšil. Vzorek, který byl žíháný 60 min., má snížený plošný odpor cca 28x.

Tab. 19: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.7.4. a 1.8.4.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.7.4. ¹	439,0185	0,85	46,0	10	1,0
1.8.4. ²	424,4612				
1.8.4. ³	12125,5547				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

V tab. 16, tab. 17, tab. 18 a tab. 19 jsou zobrazeny všechny vzorky ze série 4. Jako parametr pro hodnocení vzorků byla zvolena nejnižší hodnota plošného odporu. Z tab. 16, tab. 17, tab. 18 a tab. 19 je zřejmé, že proces žíhání snižuje hodnotu plošného odporu u všech vzorků. Dále je patrné, že doba žíhání 30 minut je ideální pro vzorek v tab. 14. Pro vzorky v tab. 17 a tab. 19 je ideální doba žíhání 60 minut. Z tab. 17 vyplývá, že u výkonu nanášení 0,1 kW je rozdíl mezi dobou žíhání 30 minutovým a 60 minutovým o 531,5764 Ω/\square ve prospěch 60 min. Z tab. 16 a tab. 17 je zřejmé, že změna plošného odporu na substrátu o vrstvě 200 nm je při žíhání 30 minutovým o 499,3700 Ω/\square vyšší než u 100 nm. Pokud byla vrstva 200 nm žíhaná po dobu 60 minut je vrstva 200nm nižší o 32,2064 Ω/\square než vrstva 100 nm. Z hodnot nežíhaných vzorků je patrné, že vrstva 100 nm má 7,5x menší plošný odpor než vrstva 200 nm. Nejnižší hodnotu plošného odporu 424,4612 Ω/\square má vzorek 1.8.4., který byl žíhán po dobu 60 minut. Pro nežíhaný vzorek má nejnižší hodnotu 1999,2982 Ω/\square vzorek 1.1.4.

Změny plošného odporu vlivem žíhání u vzorků ze série 5 jsou zdokumentovány v tab. 20. Je patrné, že proces žíhání snižuje hodnotu plošného odporu i v případě této série. Pokud porovnáme vzorek nežíhaný se vzorkem žíhaným, tak u vzorku, který byl žíhaný 30 minut, oproti vzorku, který nebyl žíhaný, se plošný odpor cca 19x zmenšil. Ideální pro tyto parametry depozice je žíhání po dobu 30 minut, protože má o 22,9421 Ω/\square menší hodnotu než u 60 minutového žíhání.

Tab. 20: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.1.5. a 1.2.5.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.1.5. ¹⁾	695,1512	0,95	50,0	5	0,1
1.2.5. ²⁾	718,0933				
1.2.5. ³⁾	13779,8308				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

Změny plošného odporu vlivem žíhání u vzorků ze série 6 jsou znázorněny v tab. 21. Je zřejmé, že proces žíhání zvyšuje hodnotu plošného odporu v závislosti na době procesu. To může být způsobeno difuzí atomu kyslíku do vrstvy. Ideální pro tyto parametry depozice je nežíhání, protože má o 1,5477 Ω/\square menší hodnotu než u 30 minutového žíhání.

Tab. 21: Hodnoty naměřeného plošného odporu pro vzorky 1.1.6. a 1.2.6.

Označení série	Plošný odpor	Depoziční parametry			
	R [Ω/\square]	Tlak naprašování [Pa]	O ₂ [sccm]	Ar [sccm]	P [kW]
1.1.6. ¹	350,8260	0,70	-	50	0,1
1.2.6. ²	356,7563				
1.2.6. ³	349,2783				

Pozn. : ¹⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 30min.

²⁾ Žíhání bylo provedeno ve vakuové peci, do které byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žíhání 350 °C po dobu 60min.

³⁾ Nežíháno

V tab. 22 jsou uvedeny po jednom vzorku z každé série s nejnižší hodnotou plošného odporu.

Tab. 22: Jeden vzorek s každé série s nejnižší hodnotou plošného odporu

Označení vzorku	Plošný odpor
	R [Ω/\square]
1.8.1.	447,1474
1.8.2.	413,2024
1.8.3.	415,3905
1.8.4.	424,4612
1.1.5.	695,1512
1.2.6.	349,2783

Z měření vyplynulo, že zavedením procesu žíhání se sníží hodnota plošného odporu u všech vzorků, kromě série 6. U série 6 je patrné, že proces žíhání zvyšuje hodnotu plošného odporu v závislosti na době žíhání. To může být způsobeno difuzí atomů kyslíku do vrstvy. Z uvedených výsledků vyplývá, že mezi žíhanými vzorky má nejmenší hodnotu plošného odporu 350,8260 Ω/\square vzorek označený jako 1.1.6. Vzorek označený jako 1.2.6. s hodnotou plošného odporu 349,2783 Ω/\square má nejnižší hodnotu mezi nežíhanými vzorky.

8.1.6. Adhezní zkouška

Zkouška byla provedena při teplotě okolí $\vartheta = 24,7 \text{ }^\circ\text{C}$, atmosférického tlaku $p = 1007,1 \text{ hPa}$, relativní vlhkosti $\varphi = 51,2 \%$. Zkoumaný vzorek se umístil na pevný a rovný povrch, aby se zamezilo deformaci během zkoušky. Ostří řezného nástroje se před samotnou zkouškou zkontrolovalo, zda splňuje potřebné parametry. Následně se pomocí řezného nástroje a vodící šablony provedlo 6 řezů rovnoměrnou řeznou rychlostí tak, aby ostří proniklo až na substrát. Následně se kolmo k těmto řezům udělalo dalších 6 tak, aby se vytvořila mřížka. Poté se na takto vytvořenou mřížku přilepila adhezní páska, která se přitlačila z důvodu zlepšení kontaktu mezi páskou a vytvořenou mřížkou. Za volný konec pásky je následně odstraněna. Poté se mřížka důkladně prohlédla a stanovila se příslušná klasifikace vzhledem k úrovni odloupení vrstvy (viz tab. 1). Z důvodu obtížné viditelnosti mřížky na transparentním povrchu vzorku nebyla možná fotodokumentace.

V tab. 23 a tab. 24 jsou zobrazeny všechny výsledky klasifikace adhezní zkoušky.

Tab. 23: Klasifikace adhezní zkoušky vzorky 60 minut

Označení vzorku:	Klasifikace adhezní zkoušky
1.2.4.	0
1.2.5.	0
1.4.1.	0
1.4.2.	0
1.4.3.	0
1.4.4.	0
1.6.1.	0
1.6.2.	0
1.6.3.	0
1.6.4.	0
1.8.1.	0
1.8.2.	1
1.8.3.	2
1.8.4.	1

Tab. 24: Klasifikace adhezní zkoušky pro žíhané pro žíhané vzorky 30 minut

Označení vzorku:	Klasifikace adhezní zkoušky
1.1.5.	1
1.1.6.	1
1.3.1.	1
1.3.2.	1
1.3.3.	1
1.3.4.	1
1.5.1.	1
1.5.2.	0
1.5.3.	1
1.5.4.	1
1.7.1.	1
1.7.2.	1
1.7.3.	1
1.7.4.	1

Provedenou adhezní zkouškou bylo zjištěno, že vzorky žíhané 60 minut mají mnohem lepší adhezi, než vzorky žíhané 30 min. Vzorky žíhané 60 minut byly hodnoceny na kvalifikační stupnici hodnotou 0, když hrany řezů byly zcela hladké, a žádný čtverec mřížky nebyl poškozen. Výjimku představovaly vzorky 1.8.2. a 1.8.4., které měly hodnotu 1. Vzorek 1.8.3., který byl žíhán 60 minut, dosáhl při posuzování nejhoršího výsledku mezi všemi posuzovanými vzorky. U tohoto vzorku byla naměřena hodnota 2, kdy v případě tohoto vzorku se povlak odlupoval podél řezů a v místech křížení řezů, kdy poškozená plocha byla větší než 5 %, ale menší než 15 %. Tento výsledek byl podle všeho způsoben tím, že u tohoto vzorku došlo nejen k narušení vrstvy, ale i k narušení skla. V případě vzorků žíhaných 30 minut dosáhly všechny vzorky hodnoty 1, když malé kousky povlaku se odlouply v místech křížení řezů. Poškozená plocha přitom byla menší než 5 %. Výjimku přitom tvořil vzorek 1.5.2., který mezi vzorky žíhanými 30 minut, jako jediný dosáhl hodnoty 0. S ohledem na výsledky zkoušky je nutné hodnotit zvolenou metodu čištění substrátu sodnovápenatého skla pro vrstvy ITO jako vyhovující. Porovnání vzorků 1.6.1. a 1.8.3. je vidět v příloze 11.2.

9. Závěr

V diplomové práci jsem se zabýval problematikou tenkých vrstev. V práci jsem popsal předdepoziční přípravy, které využívají jak chemické, tak i mechanické čištění. Následovalo rozdělení depozičních procesů na nevakuové a vakuové. Do nevakuových patří metoda spin-coating a dip-coating. Vakuové metody se dělí na chemické nanášené z plynné fáze (CVD), plazmatem aktivované CVD a fyzikální nanášené z plynné fáze. Princip CVD je založen na metodách LPCVD, APCVD a LCVD. K fyzikálním metodám deposici vrstev PVD patří naprašování a napařování. Napařování se dále člení na iontové, magnetonové a reaktivní. Dále jsem v teoretické části popsal analýzu tenkých vrstev pomocí rentgenové difrakční analýzy (XRD), měření plošného odporu pomocí čtyřbodové metody, mechanickou zkoušku adheze vrstvy dle ČSN EN ISO 2409 a spektroskopii. Na závěr jsem popsal substrát, na který jsem všechny materiály nanášel, s vlastnostmi daných vrstev.

V praktické části jsem vycházel z parametrů uvedených ve vědeckém článku [33], které jsem musel upravit z důvodu nedostatečného připouštění plynů. Projevovalo se to tím, že vývěvy vyčerpávaly plyn z pracovní komory rychleji, než byl plyn do komory připouštěn, a proto nebylo možné dosáhnout nastaveného depozičního tlaku. Tento stav mohl být způsoben jinými parametry vývěvy zařízení. Poměr vstupních plynů byl zachován dle článku. Dále jsem upravil pracovní tlak z důvodu nedostatečně hustého oblaku plynu k dosažení doutnavého výboje. Bez tohoto výboje nemůže být zahájen proces napařování. Parametry deposice jsou uvedeny v tab. 2.

Vytvořil jsem čtyři série vzorků, v rámci kterých jsem měnil výkon deposice a dobu žíhání v peci. Dále jsem vytvořil dvě série vzorků „extrémů“. V případě jedné série jsem připouštěl maximum pracovního plynu O_2 a minimum Ar a to tak, aby nedocházelo k otravě targetu. U poslední série jsem nepřipouštěl žádný reaktivní plyn, ale pouze inertní plyn Ar. U takto vytvořených vzorků jsem nejdříve zkoumal vliv žíhání na propustnost v celém měřicím rozsahu a následně jsem série porovnal vzhledem k propustnosti ve viditelné části spektra. Dále jsem porovnal hodnoty plošného odporu u nežíhaných a následně žíhaných vzorků. Konečně jsem u žíhaných a nežíhaných vzorků zkoumal jejich adhezi.

V případě parametru nejvyšší průměrné propustnosti hodnocení spektrometrie jsem se zaměřil na viditelnou část spektra (tj. od 400 nm do 800 nm). Ze všech vytvořených sérií jsem jako vzorek s nejvyšší průměrnou hodnotou vyhodnotil vzorek 1.2.5., který se žíhal 60 minut a který měl propustnost 87,89 %. Vzorek, který jsem změřil neprodleně po deposici bez žíhání, měl průměrnou hodnotu propustnosti 88,99 % a je označen jako 1.6.1.

Dále jsem na vzorcích měřil plošný odpor na neohrazené ploše pomocí čtyřbodové metody. Kritériem vyhodnocení stanovil nejnižší hodnotu plošného odporu u žíhaných a nežíhaných vzorků. Vyhodnocením hodnot z měření jsem zjistil, že nejmenší hodnotu má vzorek 1.1.6., který byl žíhán 30 minut a který má hodnotou $350,8260 \Omega/\square$ (s průměrnou hodnotou propustnosti ve viditelné části spektra 85,86 %). Vzorek označený 1.2.6., který nebyl žíhán, měl hodnotu $349,2783 \Omega/\square$ (s průměrnou hodnotou propustnosti ve viditelné části spektra 87,05 %).

Z provedeného měření jsem zjistil, že vzorky z každé série, které byly nanášeny výkonem 1 kW a žíhány po dobu 60 minut, měly nejnižší hodnotu plošného odporu. Vzorek 1.8.1. má hodnotu $447,1474 \Omega/\square$, vzorek 1.8.2. má $413,2024 \Omega/\square$, vzorek 1.8.3. má $415,3905 \Omega/\square$ a vzorek 1.8.4. má $424,4612 \Omega/\square$. U nežíhaných vzorků jsem zjistil obdobný jev. Vzorky z každé série, které byly nanášeny výkonem 0,1 kW, jsem zjistil nejnižší hodnotu plošného odporu. Pro vzorek 1.1.1. je hodnota $2169,3874 \Omega/\square$, vzorek 1.1.2. má $9175,3762 \Omega/\square$, vzorek 1.1.3. má $4519,5472 \Omega/\square$ a vzorek 1.1.4. má $1999,2982 \Omega/\square$.

Z provedené zkoušky adheze vyplynulo, že vzorky žíhané 60 minut, mají daleko lepší adhezivní vlastnosti. Pokud se jedná o extrémní hodnotu v případě vzorku 1.8.3., k této nelze

dle mého názoru přihlížet, neboť v případě tohoto vzorku došlo k narušení substrátu, což ovlivnilo výsledek zkoušky.

Z pohledu optimálních vlastností pro žíhaný vzorek jsem vyhodnotil jako nejlepší vzorek 1.2.6., který má hodnotu plošného odporu $356,7563 \Omega/\square$ s průměrnou propustností ve viditelném spektru 87,05 %.

10. Seznam použité literatury

- [1] *Tenkové vrstvy: aplikace, metody přípravy, hodnocení vlastností* [online]. s. 77 [cit. 2013-11-16]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf.
- [2] HOLMBERG, Kenneth. *Triboscience and tribotechnology superior friction and wear control in engines and transmissions: COST action 532 : scientific final report* [online]. Luxembourg: Office for Official publications of the European communities, 2008 [cit. 2013-11-16]. ISBN 978-928-9800-402.
- [3] *Tenkové vrstvy nitridů kovů: výroba, aplikace, vlastnosti* [online]. s. 49 [cit. 2013-11-16]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/download/PU_prednaska.pdf.
- [4] IVANOVÁ, Simona. *Vytváření strukturovaných tenkých vrstev plazmovými sryškami* [online]. Brno, 2010 [cit. 2013-11-17]. Dostupné z: http://is.muni.cz/th/269561/prif_b/zkracena_verze_tisk_O_kopie.pdf. Bakalářská práce. Masarykova univerzita.
- [5] PODANÝ, Pavel. Studium vlivu předdepozičních procesů na vlastnosti progresivních tenkých vrstev [online]. s. 40 [cit. 2013-12-09]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/FRVS_zprava_dalsi_studium_podany.pdf.
- [6] PODANÝ, Pavel a Antonín KŘÍŽ. *Předdepoziční procesy při výrobě tenkých vrstev* [online]. 2006, s. 7 [cit. 2013-12-09]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/podany_metal06.pdf.
- [7] JAKUBIS, Ivan. *Tenkové vrstvy oxidu wolframového pro elektrochromní součásti* [online]. Brno, 2009, s. 60 [cit. 2013-12-02]. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/7335/Bakalarska%20praca%20-%20Jakubis%20Ivan.pdf?sequence=1>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [8] BURŠÍK, J. *Vrstvy hexagonálních feritů typu magnetoflumbit připravované metodou sol-gel* [online]. 2006, s. 126 [cit. 2013-11-15]. Dostupné z: <http://ulozto.cz/x2UZPvo/dizertacnipracesolgel-doc>. Dizertační práce. České vysoké učení technické v Praze.
- [9] FRYDRYCH, Jiří. *Spin coating* [online]. s. 19 [cit. 2013-12-02]. Dostupné z: <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/semCVN/2011/SpinCoating.pdf>.
- [10] BRINKER, C a George W SCHERER. *Sol-gel science: the physics and chemistry of sol-gel processing* [online]. Boston: Academic Press, 1990, xiv, 908 p. [cit. 2013-12-02]. ISBN 01-213-4970-5. Dostupné z: http://depts.washington.edu/solgel/documents/class_docs/MSE502/Sol-Gel_Science_The_physics_and_chemistry_of_sol-gel_processing_-_Brinker_1990.pdf.
- [11] *Schott glass made of ideas* [online]. [cit. 2013-12-02]. Dostupné z: http://www.schott.com/advanced_optics/english/products/optical-materials/special-materials/conturan/index.html.
- [12] JAKUBIS. *Příprava tenkých vrstev oxidů titanu* [online]. Brno, 2011 [cit. 2013-12-02]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=42223. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [13] HUBÁLEK, Jaromír. *Mikrotechnologie* [online]. 2011, s. 19 [cit. 2013-11-17]. Dostupné z: www.umel.feec.vutbr.cz/nanoteam/data/soubory/Mikrotechnologiestudijn%C3%AD%20materi%C3%A1ly_Mikrotechnologie.docx.

- [14] FINECAST. *Umělý diamant* [online]. [cit. 2013-11-17]. Dostupné z: http://www.finecast.lv/en/synthetic_diamonds-manufacturing.php.
- [15] MEMSNET. *Depozice* [online]. [cit. 2013-12-09]. Dostupné z: <http://www.memsnet.org/mems/processes/deposition.html>.
- [16] GÜNZEL, Martin. *Metody depozice tenkých vrstev pomocí nízkoteplotního plazmatu* [online]. České Budějovice, 2013 [cit. 2013-12-09]. 67 s. Dostupné z: http://theses.cz/id/dywyo1/Diplomov_prce.pdf. Diplomová práce. Jihočeská univerzita v Českých Budějovicích.
- [17] HUMÁR, Anton. *Materiály pro řezné nástroje*. Praha: MM publishing, 2008, 235 s. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [18] *Materiály pro řezné stroje* [online]. 2006, s. 192 [cit. 2013-11-19]. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf.
- [19] *Tenké vrstvy: metody přípravy, hodnocení vlastností* [online]. s. 41 [cit. 2013-11-19]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf.
- [20] MUSIL, Vladislav. *Electronic Devices and Systems - EDS 'Y2K: intensive training programme in electronic system design - workshop : September 4-13, 2000, Brno, Czech Republic : proceedings* [online]. Vyd. 1. Brno: Zdeněk Novotný, 2000 [cit. 2013-11-28]. ISBN 80-214-1780-3. Dostupné z: <http://ulozto.cz/xAyx2gf/magnetronsputtering.pdf>.
- [21] *Plazma* [online]. s. 35 [cit. 2013-12-03]. Dostupné z: http://www.kfy.zcu.cz/dokumenty/AFY/AFY_v2.pdf.
- [22] KOŠŤÁL, Josef. *Mikrovlnka mýtů zbavená aneb je důvod k obavám?* [online]. 2005 [cit. 2013-11-30]. Dostupné z: http://www.odbornecasopisy.cz/index.php?id_document=26377.
- [23] DEPLA, Diederik. *Reactive sputter deposition* [online]. New York: Springer, 2008, p. cm. [cit. 2013-12-04]. ISBN 978-354-0766-629. Dostupné z: http://www.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=EtyA1UooZ3kC&oi=fnd&pg=PA1&dq=Reactive+sputter+deposition&ots=qzb3YtCU6i&sig=ODYjtLDEvfUWbe-iN88ADek3qz0&redir_esc=y#v=onepage&q=Reactive%20sputter%20deposition&f=false.
- [24] VALTER, Jan. *Reaktivní magnetronové naprašování* [online]. s. 21 [cit. 2013-12-10]. Dostupné z: http://www.vakspol.cz/lsvt06/valter_lsvt06.pdf.
- [25] KARŠAY. *Hodnotenie vlastností tenkých vrstev* [online]. Nitra, 2010 [cit. 2013-12-06]. Dostupné z: <http://crzp.uniag.sk/Prace/2010/K/0900A24261E34F0486C7BCB9321FF11A.pdf>. Diplomová práce. Slovenská poľnohospodárska univerzita v Nitre.
- [26] ČAPKOVÁ, Pavla. *RTG difrakce v materiálovém výzkumu* [online]. 2011, s. 33 [cit. 2013-12-11]. Dostupné z: http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/MSS/Vyukove_texty_XRD.pdf.

- [27] ČEJKA, Marek. *Experimentální zjišťování vlastností integrovaných tlustých vrstev* [online]. Brno, 2012 [cit. 2014-05-27]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=57426. Bakalářská práce. VUT.
- [28] PAŠČÍNSKÝ. Vliv parametrů vytvrzování na vlastnosti elektroizolačních laků [online]. Brno, 2011 [cit. 2014-05-27]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=39376. Diplomová práce. VUT.
- [29] *Titan - vlastnosti, použití, slitiny a výroba* [online]. s. 13 [cit. 2013-12-12]. Dostupné z: http://www.stefanmichna.com/download/technicke-materialy_II/titan_vlastnosti_pouziti_slitiny.pdf.
- [30] Indium tin oxide. [online]. [cit. 2014-04-26]. Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Indium_tin_oxide.
- [31] ČERNÁ, Monika. Tvrdost a mikrotvrdost pevných látek [online]. Brno, 2011 [cit. 2013-12-12]. 51 s. Dostupné z: http://is.muni.cz/th/270508/pedf_b/bakalarska_prace.pdf. Bakalářská práce. Masarykova univerzita.
- [32] Effect of N₂-gas flow rates on the structure and properties of copper nitride films prepared by reactive DC magnetron sputtering [online]. 2011, s. 4 [cit. 2014-04-26]. Dostupné z: http://ac.els-cdn.com.ezproxy.lib.vutbr.cz/S0042207X11003836/1-s2.0-S0042207X11003836-main.pdf?_tid=a950283e-cd3d-11e3-95d9-00000aacb35f&acdnat=1398515227_77836b3533409d8aa1fc351fb491b474.
- [33] Sklo. [online]. s. 20 [cit. 2014-05-21]. Dostupné z: http://homel.vsb.cz/~khe0007/Predmety/Stavebni%20hmoty/Prednaska_sklo.pdf.
- [34] ČSN EN ISO 2409. *Nátěrové hmoty: Mřížková zkouška*. Praha: Český normalizační institut, 2007.
- [35] A new investigation of oxygen flow influence on ITO thin films by magnetron sputtering [online]. 2012, s. 6 [cit. 2014-04-26]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com.ezproxy.lib.vutbr.cz/science/article/pii/S0927024813004443>.
- [36] Naprašování tenkých vrstev: ITO – tenké vrstvy pro elektrotechniku [online]. 2003 [cit. 2014-04-27]. Dostupné z: http://www.odbornecasopisy.cz/index.php?id_document=25484.
- [37] HORÁK, Petr. Optimalizace analytických postupů pomocí pokročilých chemometrických technik [online]. Brno, 2009 [cit. 2014-04-29]. Dostupné z: http://is.muni.cz/th/211906/prif_b/Bakalarska_prace_2.txt. Bakalářská práce. Masarykova univerzita.
- [38] Infratopení PION Classic. [online]. [cit. 2014-04-29]. Dostupné z: <http://www.pion.cz/cs/clanek/jedinecna-technologie>.
- [39] Spektrum elektromagnetického záření. [online]. [cit. 2014-04-29]. Dostupné z: http://www.gymhol.cz/projekt/fyzika/11_elmag/11_elmag.htm.

Seznam symbolů, veličin a zkratek

ITO	Target na bázi $\text{In}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2$
LCD	Displej z tekutých krystalů (Liquid Crystal Display)
ELD	Elektroluminiscence
XRD	Rentgenová difrakční analýza (X – Ray Diffraction)
AES	Augerova elektronová spektroskopie (Auger Electron Spectroscopy)
RBS	Rutherfordův zpětný rozptyl (Rutherford Backscattering Spectroscopy)
SEM	Elektronová mikroskopie (Scanning Electron Microscopy)
TEM	Transmisní elektronová mikroskopie (Transmission Electron Microscopy)
XPS	Rentgenová fotoelektronová spektroskopie (X - Ray - Photoelectrons Spectroscopy)
CVD	Chemické nanášení z plynné fáze (Chemical Vapor Deposition)
PACVD	Plazmatem aktivované CVD (Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition)
PVD	Fyzikální nanášení z plynné fáze (Physical Vapor Deposition)
Q	Fotony
B	Magnetická vlna
E	Elektrická vlna
OLED	Technologie využívající organických elektroluminiscenčních diod (Organic light-emitting diode)
IPA	Isopropylalkohol
sccm	Standardní kubický centimetr za minutu (Standard Cubic Centimeters per Minute). Je to objemový proud plynu, ale při definovaném standardním tlaku ($1 \text{ atm} = 101325 \text{ Pa}$) a při standardní teplotě ($20 \text{ }^\circ\text{C}$). $1 \text{ sccm} = 0,016 \text{ mbar.l/s}$

11. Přílohy

11.1. Měněné parametry depozice a žihání jednotlivých vzorků

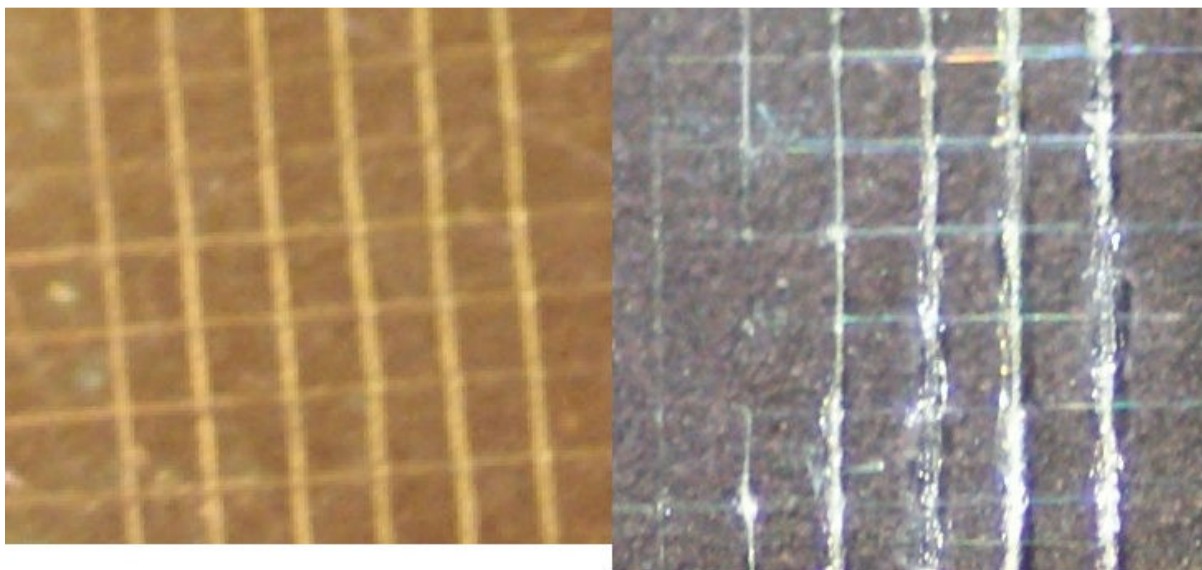
Měněné parametry depozice, žihání jednotlivých vzorků a naměřená rychlost naprašování

Označení vzorku	Tloušťka nanesené vrstvy [nm]	Výkon depozice [kW]	Rychlost naprašování [nm/s]	Parametry procesu žihání
1.1.1.	101	0,1	3,3	1)
1.1.2.	101	0,1	3,0	1)
1.1.3.	101	0,1	2,6	1)
1.1.4.	102	0,1	2,2	1)
1.1.5.	101	0,1	1,8	1)
1.1.6.	101	0,1	8,5	1)
1.2.1.	100	0,1	3,3	3)
1.2.2.	100	0,1	3,4	3)
1.3.1.	200	0,1	2,5	1)
1.3.2.	200	0,1	1,9	1)
1.3.3.	200	0,1	1,8	1)
1.3.4.	200	0,1	1,8	1)
1.4.1.	200	0,1	2,5	2)
1.4.2.	200	0,1	1,9	2)
1.4.3.	200	0,1	1,8	2)
1.4.4.	200	0,1	1,8	2)
1.5.1.	103	0,5	14,2	1)
1.5.2.	102	0,5	12,4	1)
1.5.3.	102	0,5	10,7	1)
1.5.4.	102	0,5	10,2	1)
1.6.1.	103	0,5	14,2	2)
1.6.2.	102	0,5	12,4	2)
1.6.3.	102	0,5	10,7	2)
1.6.4.	102	0,5	10,2	2)
1.7.1.	107	1,0	29,1	1)
1.7.2.	105	1,0	23,0	1)
1.7.3.	107	1,0	16,5	1)
1.7.4.	108	1,0	14,3	1)
1.8.1.	107	1,0	29,1	2)
1.8.2.	105	1,0	23,0	2)
1.8.3.	107	1,0	16,5	2)
1.8.4.	108	1,0	14,3	2)

Poznámky k tabulce:

- 1) Žihání bylo provedeno ve vakuové peci. Do vakuové pece byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 30min.
- 2) Žihání bylo provedeno ve vakuové peci. Do vakuové pece byl připouštěn Ar. Náběh teploty byl nastaven 10 °C/min. Teplota žihání 350 °C po dobu 60min.
- 3) Nežiháno

11.2. Porovnání mřížkové zkoušky



Obr. 53: Porovnání výsledků mřížkové zkoušky zleva vzorek 1.6.1. u kterého byla klasifikována adhezní zkouška 0 a 1.8.3., kde byla klasifikována adhezní zkouška 2