

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

VÝVOJ A APLIKACE UHV ZAŘÍZENÍ PRO DEPOZICE
TENKÝCH VRSTEV
(ATOMÁRNÍ A IONTOVÉ SVAZKOVÉ SYSTÉMY)

DEVELOPMENT AND APPLICATION OF AN UHV EQUIPMENT FOR DEPOSITION
OF THIN FILMS
(ATOMIC AND ION SYSTEMS)

ZKRÁCENÁ VERZE DIZERTAČNÍ PRÁCE

SHORT VERSION OF DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. JINDŘICH MACH

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. RNDr. TOMÁŠ ŠIKOLA, CSc.

BRNO 2009

Klíčová slova

ATOMÁRNÍ ZDROJ, IONTOVÝ ZDROJ, IONTOVĚ-ATOMÁRNÍ ZDROJ, TERMÁLNÍ SVAZKY ATOMŮ KYSLÍKU, TERMÁLNÍ SVAZKY ATOMŮ VODÍKU, ATOMÁRNÍ VODÍK, ATOMÁRNÍ KYSLÍK, GAN, IBAD, IBAAD, MBE, RŮST ULTRA TENKÝCH VRSTEV.

Keywords

ATOMIC SOURCE, ION SOURCE, ION-ATOMIC SOURCE, THERMAL OXYGEN ATOM BEAM, HYDROGEN THERMAL ATOM BEAM, GAN, IBAD, IBAAD, MBE, GROWTH OF ULTRATHIN LAYERS.

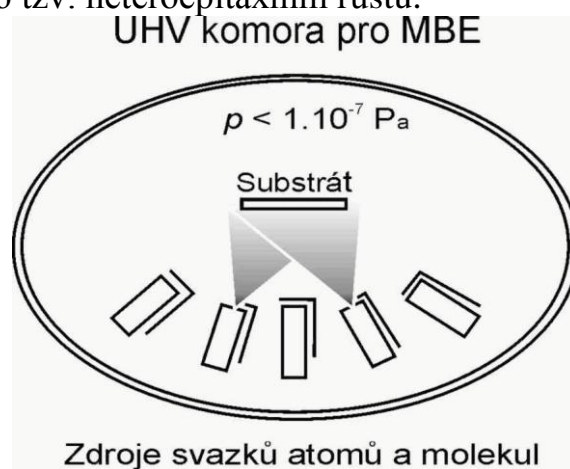
OBSAH

1	ÚVOD DO PROBLEMATIKY IONTOVÝCH A ATOMÁRNÍCH SVAZKŮ....	4
2	TEORIE ATOMÁRNÍCH SVAZKŮ	6
2.1	Extrakce atomárních svazků	6
2.2	Disociace molekul plynu.....	7
3	TERMÁLNÍ DISOCIAČNÍ ATOMÁRNÍ ZDROJ	8
3.1	Termální svazky atomů kyslíku - aplikace	8
3.2	Termální svazky atomů vodíku - aplikace	8
3.3	Požadavky kladené na zdroj termálních svazků atomů kyslíku a vodíku.....	9
3.4	Konstrukční návrh zdroje termálních svazků atomů kyslíku (vodíku).....	10
3.5	Testování a kalibrace zdroje termálních svazků atomů kyslíku	12
3.6	Měření stupně disociace a profilu svazků atomů vodíku.....	14
3.7	Interakce vodíkových atomů s povrchem Si(100)	15
4	IONTOVĚ - ATOMÁRNÍ ZDROJ SVAZKU GAN.....	17
4.1	Iontově - atomární svazky Ga/N – aplikace.....	17
4.2	Požadavky kladené na iontově-atomární zdroj k depozici GaN	18
4.3	Popis funkce iontově-atomárního zdroje pro depozici GaN.....	18
4.4	Konstrukční návrh iontově-atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev	19
4.5	Testování iontově-atomárního zdroje	20
5	PŘÍPRAVA VRSTEV GAN UŽITÍM IONTOVĚ-ATOMÁRNÍHO ZDROJE ..	22
5.1	Depozice GaN - uspořádání experimentu	22
5.2	Příprava Ga a GaN vrstev na povrchu Si(111) 7x7 pro $E = 100$ eV.....	22
5.3	Depozice Ga a GaN vrstev na povrchu Si(111) 7x7 pro $E < 100$ eV	23
5.4	Optimalizace funkce iontově-atomárního zdroje - zvýšení hustoty iontů ve svazku	25
6	ZÁVĚR.....	27
	LITERATURA	28
	PUBLIKACE.....	31
	PATENTY A FUNKČNÍ VZORKY	32
	ABSTRACT	32

1 Úvod do problematiky iontových a atomárních svazků

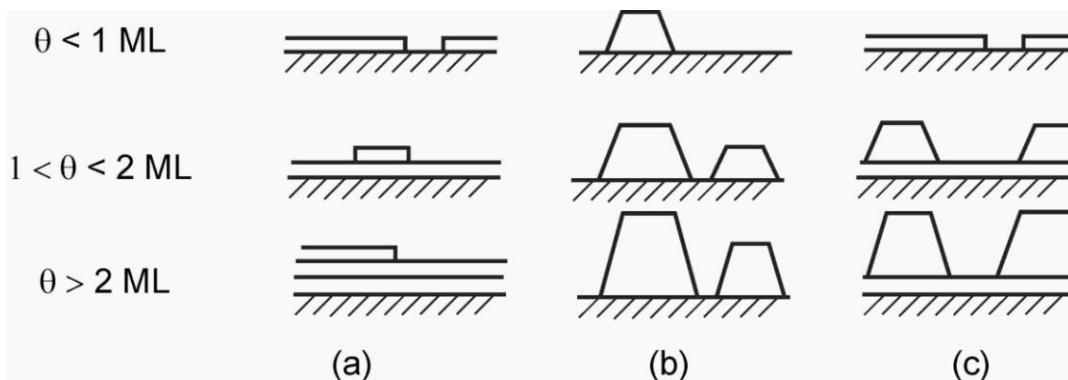
Když Dunoyer (1911) experimentoval s prvními molekulárními svazky ukázal, že atomy uvnitř dostatečně vyčerpané komory se pohybují podél podmínky. V té době vytvářel jedno z nejdůležitějších fyzikálních a chemických experimentálních zařízení dvacátého století. Za tímto prvním experimentem následovala spousta zajímavých experimentů. Jako příklad lze uvést experimentální ověření kinetické teorie plynů měřením Maxwellovy distribuční funkce rozložení rychlostí (1920), nebo experimentální ověření de Broglieovy vlnové délky (1930) a mnoho dalších [1].

V průběhu dvacátého století byly molekulární svazky používány v mnoha oblastech fyziky a také vznikla spousta aplikací využívajících molekulární svazky, jako například při studiu elastického rozptylu (vyvinul se v nejpřesnější metodu umožňující měření intermolekulárního potenciálu), při studiu nepružného rozptylu, studiu interakce plynu s povrchem, výzkumu klastrů, litografie, molekulární svazková epitaxe a mnoho dalších. Při užití molekulární svazkové epitaxe (Molecular Beam Epitaxy - MBE), jsou užívány lokalizované svazky atomů nebo molekul. Atomární, případně iontové, svazky jsou získávány k tomuto účelu z atomárních či iontových zdrojů. Pomocí této metody jsou připravovány rozličné polovodičové struktury. MBE je proces růstu tenkých vrstev (epitaxních filmů), mnoha rozmanitých materiálů (kovy, polovodiče i oxidy). Epitaxní tenké vrstvy mohou být rosteny na substrát stejného materiálu nebo rozdílného materiálu: v prvním případě se hovoří o homoepitaxním a v druhém o tzv. heteroepitaxním růstu.



Obrázek 1: Schématické znázornění uspořádání typického MBE systému.

Základem MBE systémů jsou UHV komory, ve kterých je hodnota tlaku zpravidla menší než $p = 1 \times 10^{-7} \text{ Pa}$. Schématické znázornění typického uspořádání MBE komory je zobrazeno na obrázku 1. Nespornou výhodou MBE procesů je vysoká čistota okolí, která je spjata s podmínkou UHV prostředí. Je známo, že nepatrné množství nečistot u polovodičových materiálů může vést k významné změně jejich fyzikálních vlastností.



Obrázek 2: Schematické znázornění tří růstových modelů jako funkce pokrytí Θ monovrstvou (ML): (a) růst vrstva po vrstvě; (b) ostrůvkový růst; (c) růst vrstva plus ostrůvky.

Epitaxní růst vrstev je předmětem zájmu mnoha technických směrů. Důležitou roli hraje především při výrobě polovodičových elektronických součástek, stejně tak jako při výrobě magnetických záznamových médií (multivrstvy) nebo magnetických čtecích hlav. V současné době se též epitaxního růstu využívá při přípravě takzvaných hyperstruktur, tvorby umělých krystalů. Ty se jeví jako velice perspektivní struktury pro polovodičový a optoelektronický průmysl [2]. Termínem epitaxní růst rozumíme růst vrstvy se shodnou krystalickou strukturou jako substrát [3]. Růst vrstev můžeme rozdělit do tří základních módů dle způsobu růstu a vzniku nukleací zárodků. První růstový mód se nazývá *růst vrstvy po vrstvě*, neboli Frankův van der Merveův mód. V tomto módu jsou deponované atomy silněji vázány k substrátu než samy mezi sebou. Tento druh růstu je schematicky zobrazen na obrázku 2 (a), kde značí množství materiálu potřebné k pokrytí jedné kompletní atomární vrstvy. V opačném případě, kdy deponované atomy jsou více přitahovány vzájemně mezi sebou než k substrátu, se uskutečňuje *ostrůvkový růst vrstvy* neboli Volmerův-Weberův růst. Tento růstový mód je zobrazen na obrázku 2 (b). V případě rovnosti vazebných sil vzniká třetí způsob růstu vrstvy, jenž je kombinací předchozích dvou módů. Jedná se o takzvaný *růst vrstva plus ostrůvky* neboli Stranskiho-Krastanovův mód, viz obrázek 2 (c).

2 Teorie atomárních svazků

Některé základní parametry atomárních zdrojů, jako například tvar atomárního svazku, složení svazku, lze s úspěchem předpovědět pomocí teorie atomárních svazků. Ta vychází z klasické kinetické teorie plynů, jež předpokládá následující vlastnosti plynu: plyn se skládá z velkého množství molekul, které se neustále pohybují a vzájemně se ovlivňují jen v případě, když se dvě částice přiblíží na dostatečně malou vzdálenost (srážka). V tomto případě nastává vzájemná silová interakce a dochází ke změně energie jednotlivých částic účastnících se srážky. energii jednotlivých molekul ε dostaneme superpozicí translační ε_{tr} , vibrační ε_v a rotační ε_r energie:

$$(1)$$

Tyto jednotlivé části energií mohou být studovány pomocí infračervené spektroskopie, nebo ve spektru plazmatu plynu. V rámci diplomové práce autora této zkrácené dizertační práce byla při experimentech změřena optická spektra vysokofrekvenčního plazmatu dusíku. Zde byly také hledány píky intenzity záření vystupujícího z výboje, které odpovídají jednotlivým energiovým stavům dusíku [4].

2.1 Extrakce atomárních svazků

Atomy mohou opouštět zdroj efuzním nebo aerodynamickým tokem. Efuzním tokem budou atomy opouštět zdroj za předpokladu, že tlak ve zdroji a tvar štěrbinou budou vybrány tak, aby prostorová a rychlostní distribuční funkce atomů zůstala nezměněna v momentě, kdy atomy přecházejí přes štěrbinu. Znamená to, že se jedná o proudění, jehož charakter nijak podstatně neovlivňují vzájemné srážky molekul (atomů) mezi sebou, popřípadě srážky molekul (atomů) se stěnami. Toto proudění se nazývá molekulární proudění přes clonu nebo také efuzní proudění plynu. Při efuzním proudění lze zanedbat tření molekul (atomů) mezi sebou a se stěnami vakuové aparatury. Uvedené proudění vzniká při nízkém tlaku, kdy je splněna podmínka efuze (2) a kdy je délka štěrbinu přibližně rovna nule. Za nulovou délku l můžeme ještě považovat vedení v podmínkách vysokého vakua, když je splněna podmínka $R > 0,5l$, kde l označuje délku štěrbinu a R je hlavní rozměr průřezu štěrbinu (poloměr štěrbinu kruhového průřezu, úhlopříčka u čtvercového průřezu). Poté můžeme zapsat podmínku efuze jako

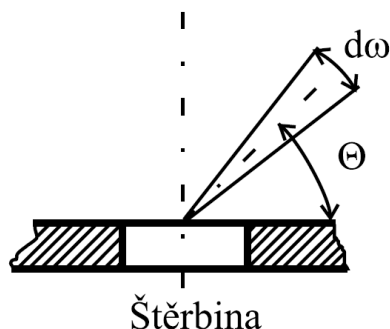
$$d \ll \lambda_A, \quad (2)$$

kde d je průměr štěrbinu (pro kruhový průřez štěrbinu) a λ_A je střední dráha, kterou urazí atom bez kolize s nějakou jinou částicí.

Jestliže jsou atomy emitovány efuzně ze zdroje přes štěrbinu o průměru d a délce přibližně rovné $l = 0$, množství atomů vyletujících pod prostorovým úhlem $d\omega$ ve směru θ je dáno vztahem

$$dN = \frac{d\omega}{4\pi} X n \bar{v} A_S \cos\theta, \quad (3)$$

kde X je parametr určující stupeň disociace (to je poměr množství disociovaných molekul k celkovému počtu molekul, A_s je plocha výstupního otvoru a v je střední rychlost částic [5]. Vztah (3) udává počet částic vyletujících pod úhlem θ do malého úhlového prostoru $d\omega$, viz obrázek 3.



Obrázek 3: Schéma výstupní štěrbinu.

2.2 Disociace molekul plynu

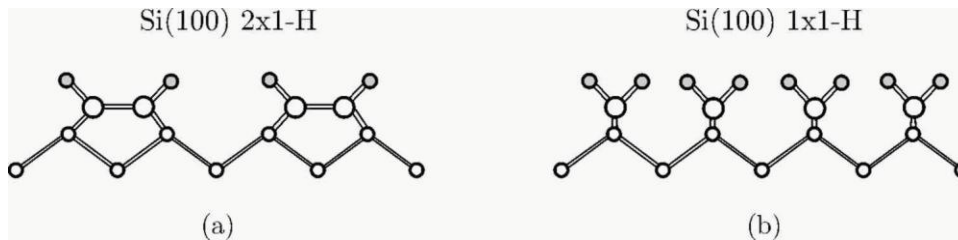
Chceme-li rozštěpit molekulu kyslíku nebo jiného plynu na jednotlivé atomy, pak je nutné této molekule dodat takzvanou disociační energii. To je energie potřebná k přerušení vazby. Hlavní složku vazebné energie u dvouatomových molekul plynu, jako jsou například O_2 , N_2 , H_2 , Cl_2 , je atomová (kovalentní) vazba. Tato vazba je typická pro stejnorodé atomy a je charakteristická vznikem elektronových párů. Výsledkem je nepolární molekula, to je molekula se symetrickým rozložením nábojů. Energie takovéto vazby je řádově v jednotkách elektronvoltů. Dodání potřebné energie pro disociaci může být realizováno pomocí mnoha způsobů:

termální disociace (pyrolýza) - do systému je dodávána tepelná energie, k disociaci dochází pomocí vzájemných srážek molekul,

disociace v plazmatu - v neutrálním plynu se vyvolá plazmatický výboj. Molekuly jsou disociovány za pomoci srážek s elektrony,

disociace v laserovém svazku (fotolýza) - do systému je za pomoci výkonného laserového svazku dodána disociační energie,

disociace pomocí katalyzátoru - k disociaci molekul dochází při interakci molekul plynu s povrchem katalyzátoru.



Obrázek 5: Schematická struktura uspořádání povrchové fáze na povrchu Si(100): (a) Si(100) 2x1-H (monohydride), (b) Si(100) 1x1-H (dihydride). Křemíkové atomy jsou zobrazeny jako nevyplněné kroužky a atomy vodíku jsou malé šedé kroužky [9].

Také při přípravě ultratenkých vrstev (nanostruktur) v procesech molekulární svazkové epitaxe (MBE) je čištění povrchů substrátu velmi důležitým aspektem pro získávání vysoce kvalitních epitaxních vrstev. Čistota povrchu vzorků je také velmi důležitá při jejich studiu. Jednou z alternativních čistících metod může být tzv. nízkoteplotní čištění pomocí nízkoenergiových atomů vodíku. Při této metodě je povrch substrátu vystaven dopadajícím atomům vodíku, které na povrchu chemicky reagují a tvoří s nečistotami rozličné sloučeniny (hydridy carbidu, H_2O , HO , ...). Takovéto sloučeniny zpravidla mají podstatně nižší teplotu potřebnou k desorbci z povrchu. Tento způsob čištění byl použit k odstranění adsorbovaných uhlíkových a kyslíkových nečistot z povrchu GaAs [11,12]. Metoda byla poté úspěšně použita také pro jiné substráty, jako jsou například InN [13], Cu [14].

Zajímavé efekty také přináší interakce atomárního vodíku s kovy na křemíkovém substrátu. V devadesátých letech Oura se svou skupinou [15] zjistil, že 2D povrch Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag se při ozáření atomárním vodíkem transformuje na 3D ostrůvky.

Vodíkové svazky mohou také nalézt významné uplatnění při uskutečňování tzv. selektivního růstu. Selektivní růst materiálu na povrchu se dnes jeví jako velmi perspektivní metoda přípravy nanosoučástek pro elektroniku a optiku [16].

3.3 Požadavky kladené na zdroj termálních svazků atomů kyslíku a vodíku

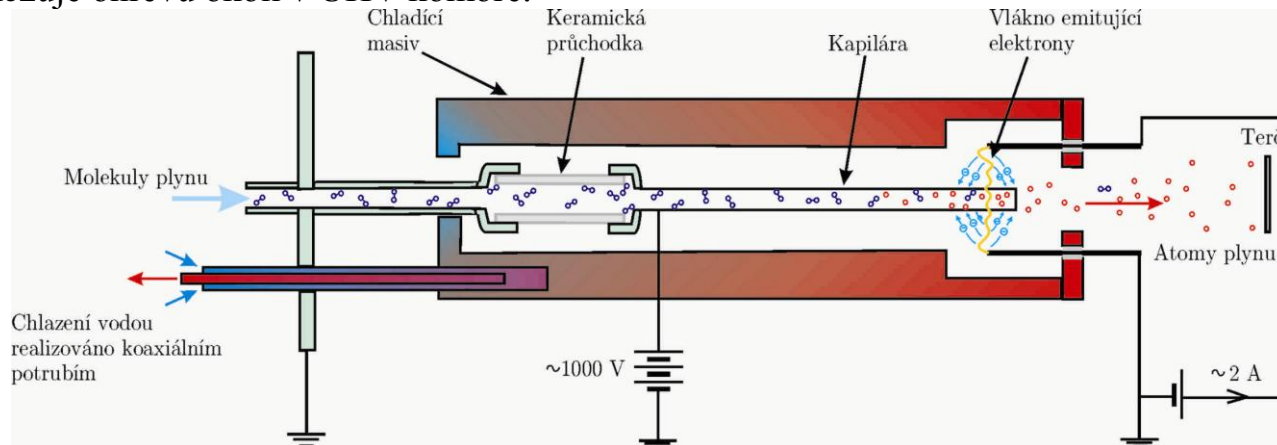
Molekula kyslíku má poměrně velkou disociační energii ($E_{\text{dis}} = 5,1$ eV), také disociační energie molekuly vodíku je poměrně vysoká ($E_{\text{dis}} = 4,5$ eV). Proto technologie disociace těchto molekul je dosti náročná jak na realizaci, tak i výběr způsobu provedení. Značné nároky jsou také kladeny na použité materiály a konstrukci atomárního zdroje.

Pro vědecké účely laboratoře povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI bylo rozhodnuto zkonstruovat termální disociační zdroj vytvářející atomární svazky kyslíku a vodíku o termální energii (0,1 - 1 eV). Cena podobných komerčních vyráběných atomárních zdrojů poskytujících termální svazky atomů se pohybuje přibližně kolem 800 000,- Kč. Vlastní konstrukcí se dosáhne výrazné úspory finančních prostředků. Navržený atomární zdroj by měl umožnit:

- získat intenzivní atomární svazek kyslíku nebo vodíku,
- udržet v depoziční komoře přijatelný tlak při depozici ($p < 10^{-4}$ Pa),
- získat svazek bez nečistot,
- získat kolimovaný atomární svazek pokrývající plochu vzorku (10×10 mm²) ve vzdálenosti 100 mm od čela zdroje,

- získat svazek atomů s termální energií (0,1 - 1 eV),
- dosáhnout vysokého stupně disociace.

Rozhodli jsme se vytvořit termální atomární zdroj, jehož uspořádání je schematicky znázorněno na obrázku 6. Na schématu je zobrazena kapilára, která je zahřívána dopadem elektronů emitovaných z vlákna. Vláknko je žhaveno elektrickým proudem, který je přiveden z přední části zdroje pomocí elektrických průchodek. Molekuly plynu jsou přiváděny do kapiláry ze zásobníku (tlaková láhev) přes elektricky izolovanou keramickou průchodku. Vše je umístěno uvnitř chladicího masivu, který zamezuje ohřevu okolí v UHV komoře.

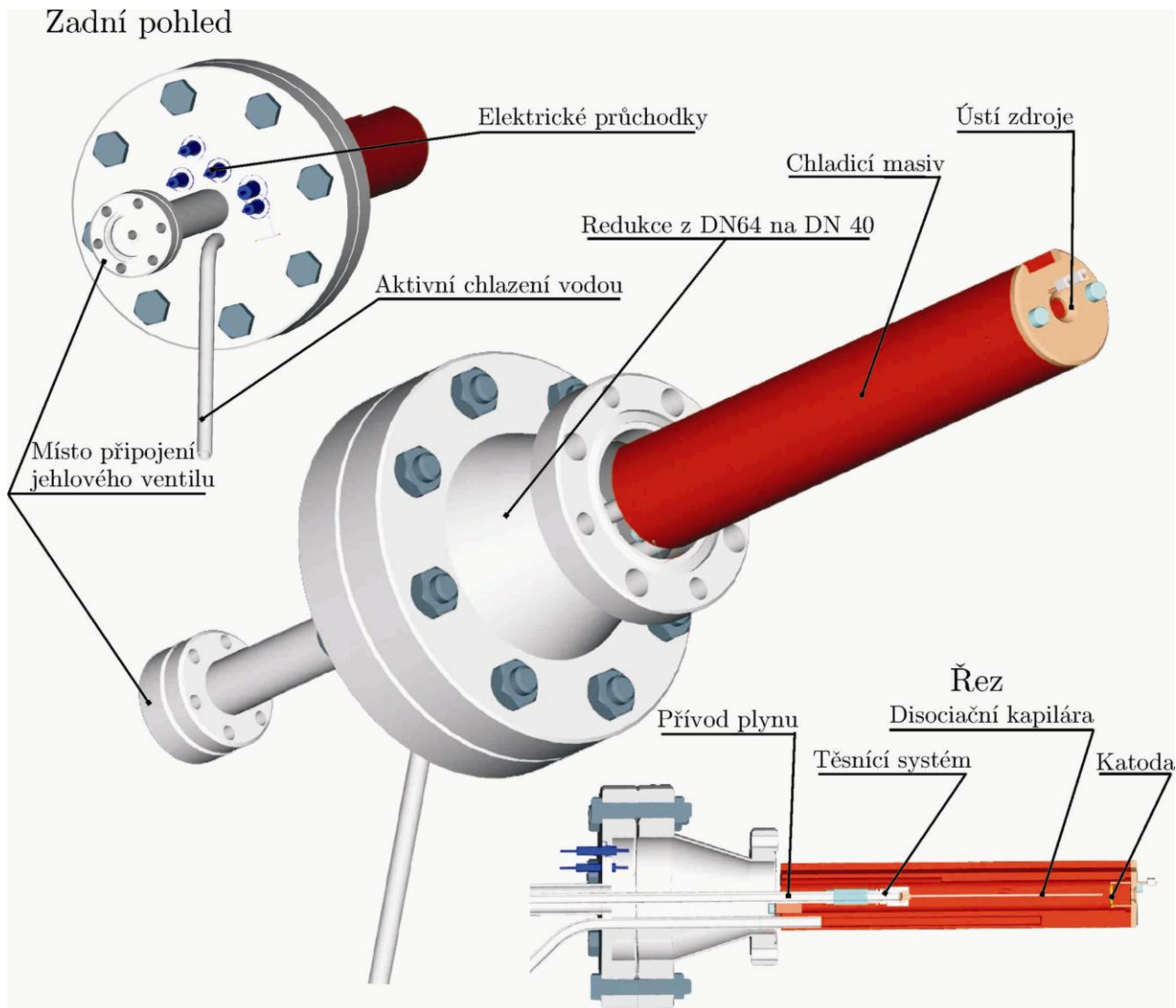


Obrázek 6: Schematické uspořádání námi navrhovaného termálního disociačního zdroje.

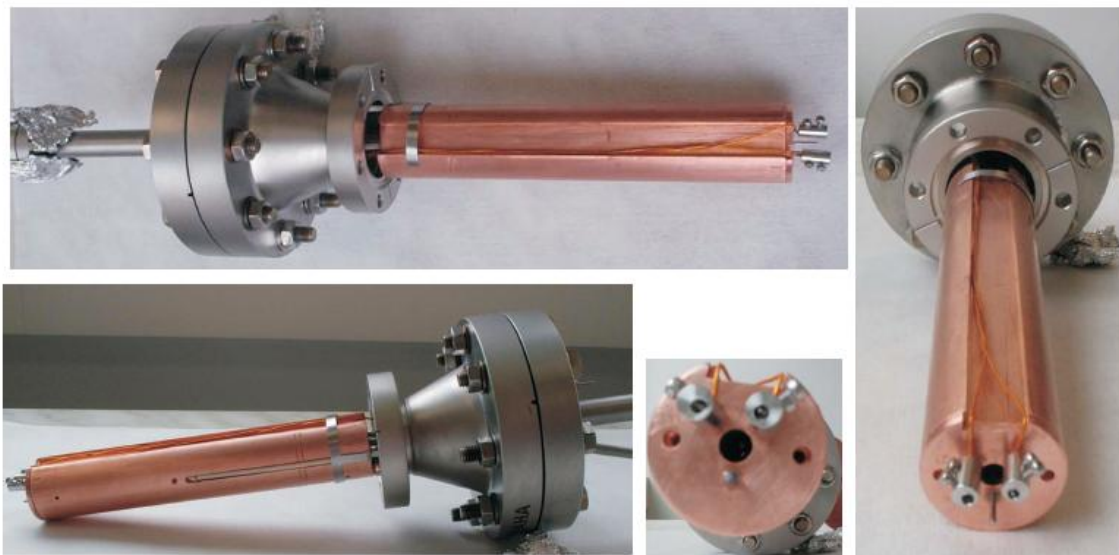
3.4 Konstrukční návrh zdroje termálních svazků atomů kyslíku (vodíku)

Po provedení analýzy jednotlivých částí atomárního zdroje byl vyhotoven návrh a vytvořen 3D model termálního atomárního zdroje (viz obrázek 7). Návrh bylo nutné přizpůsobit účelům laboratoře na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT. Na základě tohoto 3D modelu byly vypracovány výrobní výkresy sestavení a jednotlivých součástí. Molekuly kyslíku jsou přiváděny potrubím o vnějším průměru $\phi_{\text{out}} = 6$ mm do disociační komory přes UHV napouštěcí jehlový ventil. Ten bude umístěn na přírubu DN 16 (viz obrázek 7). Disociační komora je tvořena dutinou v tantalové kapiláře. Čelo atomárního zdroje je uzavřeno měděným víčkem s výstupním otvorem. Ve víčku jsou napájeny proudové elektrické průchodky, kterými se přivádí proud $I \approx 2$ A pro žhavení wolframového vlákna.

Žhavené vlákno emituje elektrony o termální energii, ty jsou urychlovány elektrickým napětím $U \approx 1$ kV, jež je přivedeno na tantalovou kapiláru. Dopadající elektrony způsobují žhavení konce kapiláry na teplotu nutnou pro disociaci kyslíkových molekul $T \approx 3000$ K. Při této teplotě dochází k procesu disociace molekul, které poté putují efuzním tokem (viz kapitola 2) směrem na substrát. Při dosažení výše uvedených teplot dochází k ohřevu okolních součástí a nadměrnému tepelnému záření. Z těchto důvodů je žhavená kapilára uložena uvnitř chladicího dutého válce. K výrobě chladicího válce byla použita měď o vysoké čistotě 99,995 % (tzv. Free - Oxygen Copper). Měděný masiv je aktivně ochlazován proudící vodou, která je přiváděna i odváděna koaxiálním potrubím. Na obrázku 8 je fotografie zhotoveného termálního zdroje svazků atomů kyslíku nebo vodíku.



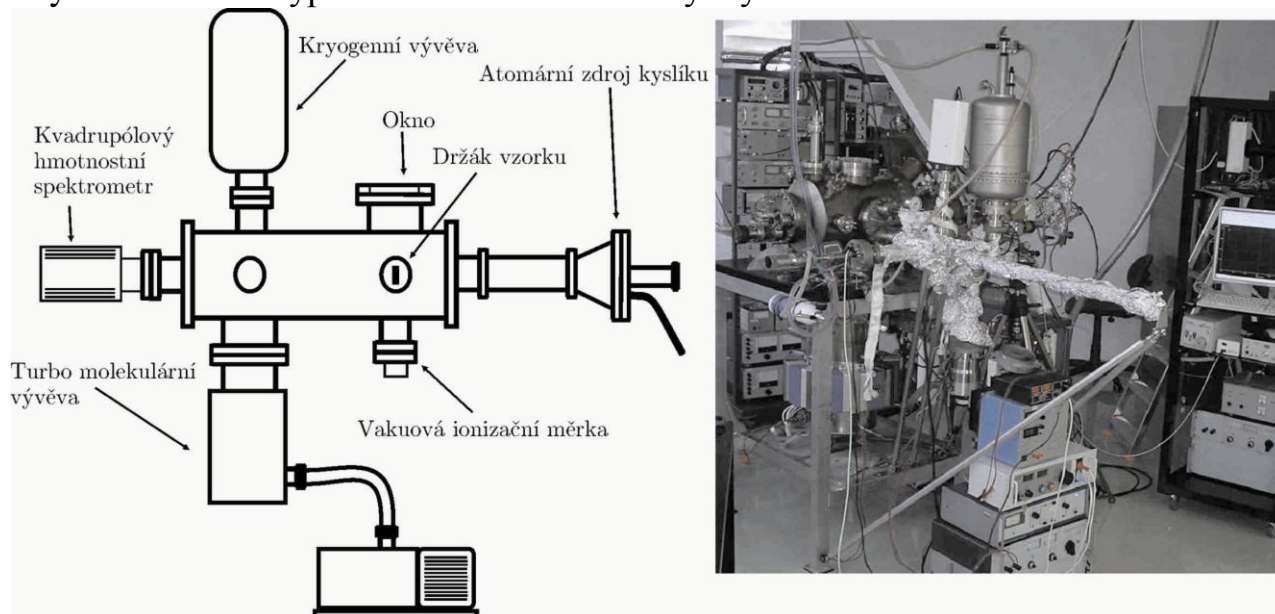
Obrázek 7: 3D model termálního disociačního zdroje produkující svazky atomů kyslíku respektive vodíku.



Obrázek 8: Fotografie zhotoveného termálního disociačního atomárního zdroje.

3.5 Testování a kalibrace zdroje termálních svazků atomů kyslíku

Testování termálního atomárního zdroje bylo prováděno v části UHV aparatury, která je na ústavu fyzikálního inženýrství určena k analýze povrchu pomocí metody LEIS (*Low Energy Ion Scattering*). Schéma testovací aparatury je zobrazeno na obrázku 9. Testovací část aparatury byla čerpána turbomolekulární vývěvou od firmy Leybold-Heraeus typ 150 CSV a současně kryovývěvou.

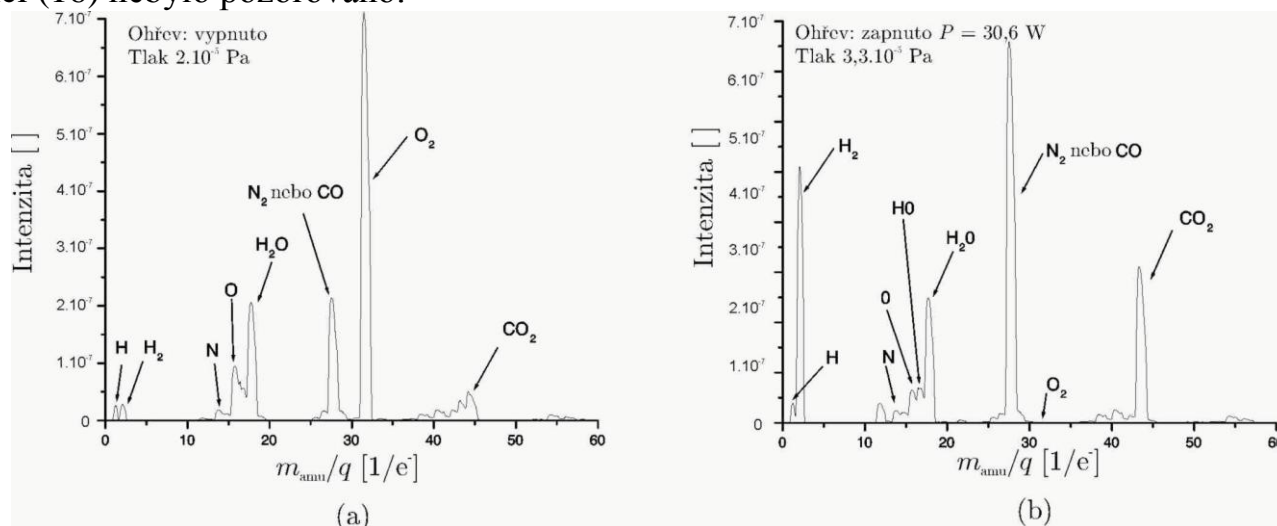


Obrázek 9: Schéma testovací aparatury, ve které byly prováděny první testy termálního atomárního zdroje včetně disociace molekul kyslíku.

Molekuly kyslíku byly přiváděny z tlakové láhve do zdroje nejprve přes UHV jehlový ventil, těsněný pomocí gumového KF těsnění. Toto byl jeden z důvodů, proč byl mezní tlak v komoře pouze $p = 3 \cdot 10^{-6}$ Pa. Pozdějším měřením byla ještě zjištěna netěsnost ve svárovém spoji aparatury. Molekuly kyslíku byly detekovány pomocí kvadrupólového hmotnostního spektrometru, od firmy Pfeiffer, typ Prisma. Získané typické hmotnostní spektrum při napouštění molekul kyslíku do aparatury přes tantalovou kapiláru, kdy tlak v aparatuře byl $p_{\text{oxy}} = 2 \cdot 10^{-5}$ Pa, je zobrazeno na obrázku 10(a). Ve spektru je patrný výrazný pík na hodnotě 32, který vypovídá o přítomnosti kyslíku v molekulární formě. Výkon potřebný k ohřevu kapiláry byl postupně navyšován až na hodnotu $P_{\text{max}} = 40$ W. Pro tento výkon bylo na kapiláru přivedeno napětí $U = 1700$ V a emisní proud byl $I_{\text{emisní}} = 22$ mA odpovídající maximální proud vláknem byl $I_v = 2,6$ A. Je nutno poznamenat, že při dosažení těchto krajních provozních hodnot po dobu více než 30 minut nedošlo k pozorovatelnému poškození atomárního zdroje (přetavení kapiláry, poškození pájených spojů, probíjení vysokého napětí, ...).

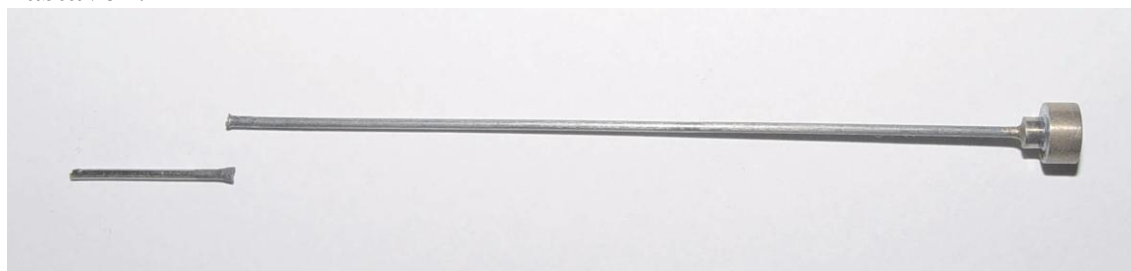
V okamžiku, kdy emisní proud dopadajících elektronů byl větší než $\approx 0,3$ mA, docházelo k prudkému poklesu intenzity píku molekulárního kyslíku na neměřitelnou hodnotu. Typické hmotnostní spektrum s horkou kapilárou je zobrazeno na obrázku 10(b). Mizení píku odpovídajícímu hmotnostní molekulárnímu kyslíku (32) bylo doprovázeno nárůstem intenzity píku na hmotnosti (28). Ta může odpovídat molekulám dusíku N_2 nebo molekule CO . Na alternativu přítomnosti CO poukazuje nárůst intenzity píku CO_2 . Výskyt CO a CO_2 byl pravděpodobně způsoben desorbci z povrchu

žhavené kapiláry. Výrazné zesílení signálu odpovídající atomárnímu kyslíku na pozici (16) nebylo pozorováno.



Obrázek 10: (a) Hmotnostní spektrum získané při napouštění molekul kyslíku do testovací aparatury. (b) Hmotnostní spektrum získané při ohřevu kapiláry výkonem $P = 30,6 \text{ W}$ za stálého napouštění O_2 .

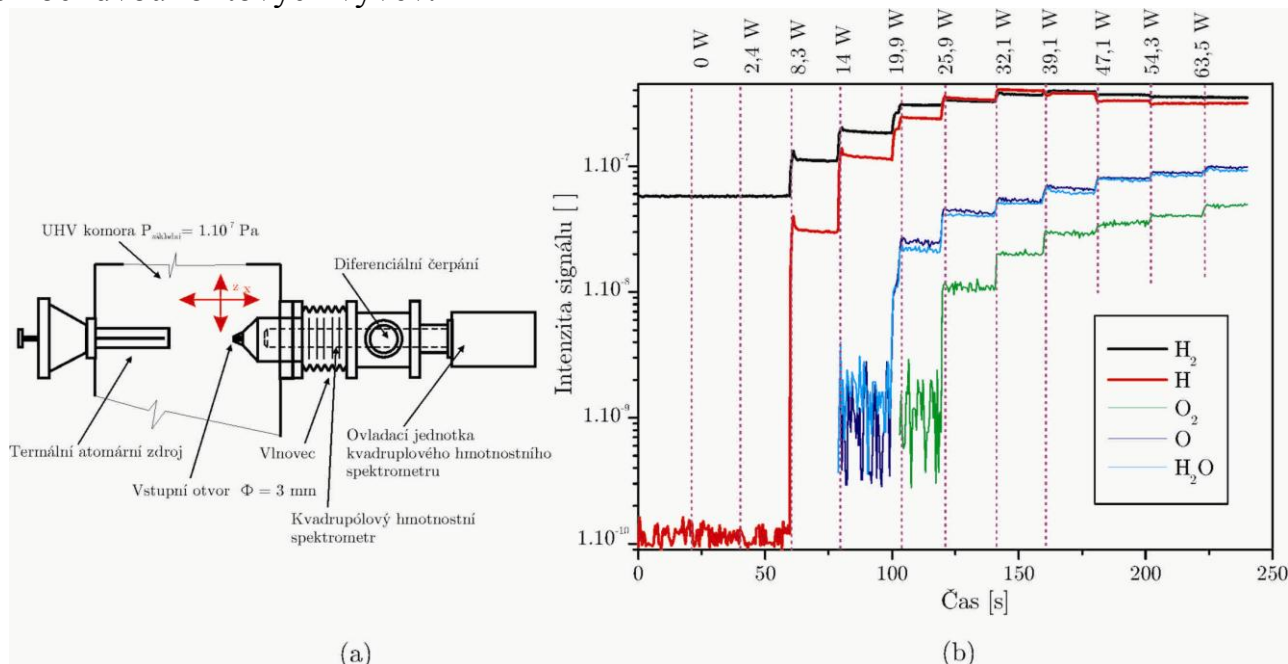
Výsledky získané sérií experimentů poukazovaly na absorpci molekul kyslíku v tantalu za zvýšené teploty. „Zmizení“ molekulárního píku ze spektra jsme přisoudili vzniku oxidu tantalu Ta_2O_5 uvnitř kapiláry. Jednou z možností jak tento jev potlačit bylo pokusit se nasytit (pasivovat) vnitřní povrch tantalové kapiláry kyslíkem. Při tomto experimentu vedoucím k pasivování tantalové kapiláry bylo zapnuto žhavení konce kapiláry a poté bylo pozvolna připouštěno větší množství kyslíku do zdroje až do doby, než se v komoře neobjevil molekulární kyslík. Při této proceduře byl pozorován efekt zvaný otrava katody. Při zvýšené koncentraci kyslíku dochází na katodě ke snížení emise elektronů z vlákna. Tím se snižoval ohřivací výkon kapiláry, což způsobilo vyšší propustnost molekul kyslíku. Tak vznikl lavinový efekt, kdy se prudce snížila teplota kapiláry, a zvýšilo napouštění molekul kyslíku do komory. Průběh emisního proudu a současně průběh tlaku kyslíku v komoře na čase se nezdařilo zaznamenat. Po nainstalování digitálních měřicích zařízení, která umožňovala záznam dat přímo do paměti počítače, došlo k rozlomení kapiláry. Poškozená tantalová kapilára je zobrazena na obrázku 11, kde v místě zlomu je patrné silné prooxidování materiálu.



Obrázek 11: Poškozená tantalová kapilára, v místě zlomu je patrné silné prooxidování materiálu.

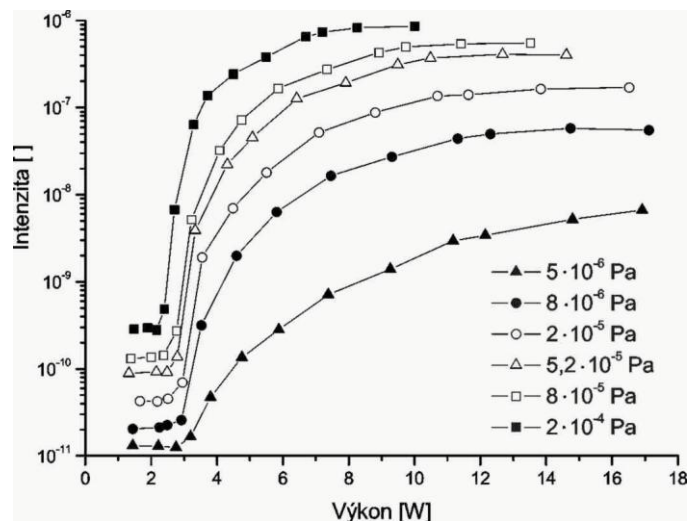
3.6 Měření stupně disociace a profilu svazků atomů vodíku

K tvorbě termálních svazků atomů vodíku byl použit námi zkonstruovaný termální atomární zdroj, kde byla tantalová kapilára nahrazena wolframovou kapilárou. Rozměry wolframové kapiláry byly: vnější průměr $\phi_{\text{out}} = 3$ mm, vnitřní $\phi_{\text{in}} = 2$ mm a délka $l = 100$ mm. Po počátečních zkouškách provozu zdroje v testovací UHV komoře byl umístěn termální atomární zdroj do UHV komory naproti metodě TDS. Tato metoda používá kvadrupolový hmotnostní spektrometr, jehož okolí je diferenciálně čerpáno. Zařízení umožňuje pohyb celé soustavy diferenciálního čerpání i s hmotnostním spektrometrem v ose x (směr osy zdroje) a mírné naklápění v ose y a z . Schéma uspořádání je zobrazeno na obrázku 12 (a). Diferenciální čerpání bylo realizováno pomocí dvou iontových vývěv.



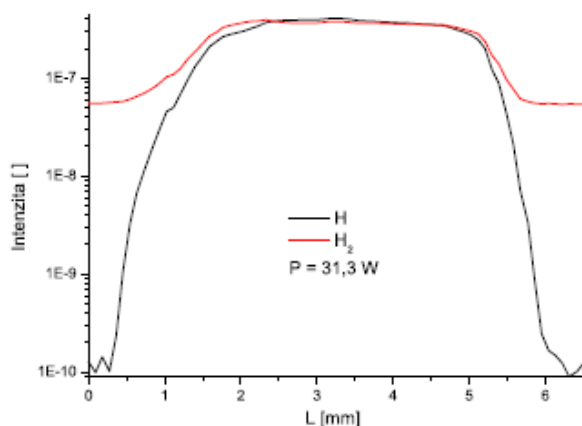
Obrázek 12: Detekce atomárního vodíku: (a) Schéma uspořádání měření pomocí kvadrupolového hmotnostního spektrometru, který umožňoval pohyb v ose x a naklápění v ose z . (b) Časový vývoj sledovaných hmotností v závislosti na postupném zvyšování výkonu.

Při tomto uspořádání byly provedeny experimenty za účelem detekce atomárního vodíku. Po nezbytném odplynění zdroje a dostatečném propláchnutí kapiláry vodíkem byl tlak v komoře nastaven ze základního tlaku $p = 3 \cdot 10^{-7}$ Pa na tlak pracovní $p_{\text{H}_2} = 2,6 \cdot 10^{-5}$ Pa. Vstupní otvor diferenciálně čerpané komory byl nastaven na osu zdroje. Intenzita signálu byla zaznamenávána v čase, kdy byl postupně v jednotlivých krocích zvyšován výkon ohřívající kapiláru. Ukázka měření je zobrazena na obrázku 13(b), hodnoty intenzit jsou vyneseny v logaritmické škále. Černá křivka udává průběh signálu odpovídající molekulárnímu vodíku H_2 a červená atomárnímu vodíku H . Z grafu je patrný strmý nárůst atomárního vodíku, jehož intenzita vzrostla o více než 3,5 řádu. Obdobným způsobem byla provedena série měření pro různé tlaky vodíku v komoře, viz obrázek 14.



Obrázek 14: Měření intenzity signálu vodíkových atomů pomocí kvadrupólového hmotnostního spektrometru v závislosti na výkonu ohřevu disociační kapiláry pro vybrané tlaky ovlivněné napouštěním vodíku.

Abychom získali představu o šířce atomárního svazku, byl změřen jeho profil. Zde je nutno poznamenat, že aparatura není přímo určena k měření profilu atomárních svazků. Měření bylo pouze orientační, ale i přesto přineslo cenné informace o vlastnostech atomárního svazku. Při měření bylo ústí atomárního zdroje vzdáleno cca 70 mm od vstupního otvoru do komory s hmotnostním spektrometrem. Tlak vodíku v hlavní komoře byl nastaven na $p_{\text{H}_2} = 2,6 \cdot 10^{-5}$ Pa. Kapilára byla žhavana výkonem $P = 31,3$ W. Výsledný profil svazku po přepočtení měřítka je zobrazen na obrázku 15.

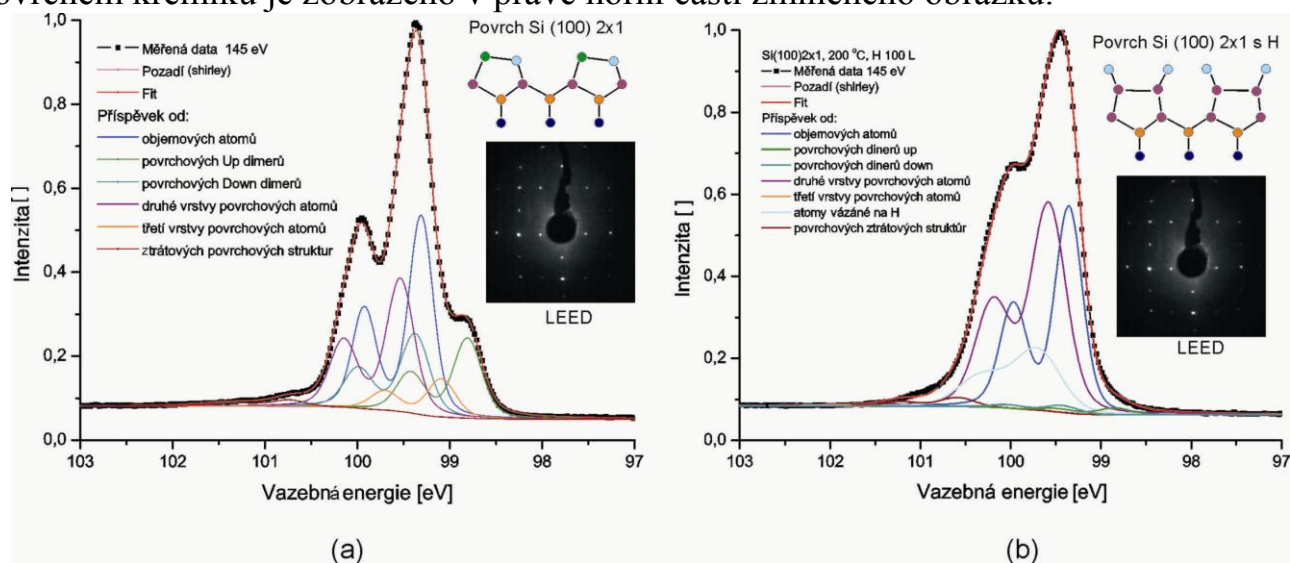


Obrázek 15: Profil atomárního svazku vodíku ve vzdálenosti 70 mm od čela zdroje.

3.7 Interakce vodíkových atomů s povrchem si(100)

Pro výzkum interakce vodíkových atomů s povrchem křemíku byl termální atomární zdroj instalován do UHV komory, která je připojena k prstenci synchrotronu Elettra v italském Terstu [13]. Povrchové změny způsobené interakcí atomárního vodíku s povrchem křemíku byly studovány pomocí metody SR-PES (*Synchrotron Radiation Photoelectron Spectroscopy*). Substrát křemíku Si(100) byl nejprve několik hodin žhán, a následně flešován (Převzato z anglického slova *flashing* - teplotní čištění vzorku pomocí periodického ohřevu a ochlazování) a poté bylo provedeno

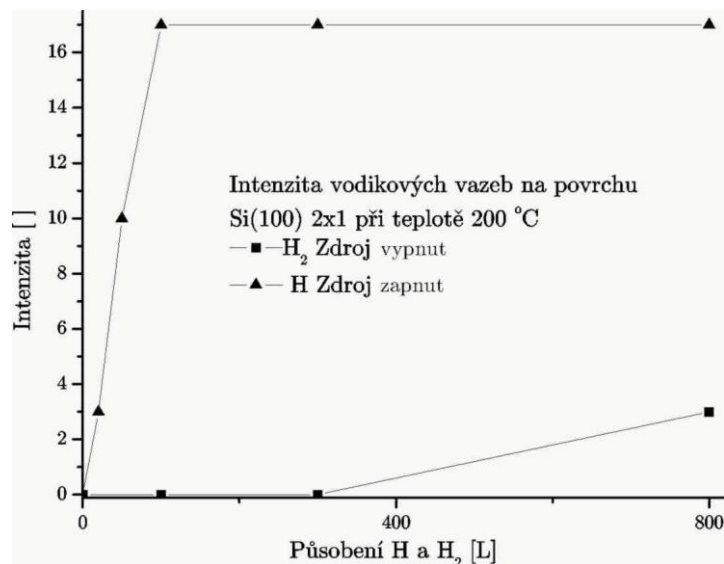
měření pomocí metod LEED a SR-PES. Fitování změřeného píku Si 2p pomocí dílčích píků byla provedena pomocí programu "Unifit2006" [17]. Tato dekompozice sloužila jako nástroj k analýze změn na povrchu. Ukázka změřeného a následně nafiťovaného píku Si 2p spolu s obrazem reciproké krystalové mřížky změřené pomocí metody LEED je uvedeno na obrázku 16 (a). Schématické znázornění příčného řezu povrchem křemíku je zobrazeno v pravé horní části zmíněného obrázku.



Obrázek 16: Ukázka fitování píku Si 2p povrchu Si(100) 2x1 s komponenty fitu odpovídajícím různým povrchovým stavům atomů (barevně odlišeny). (a) Čistý povrch po flešování, (b) depozice 100 L atomárního vodíku při teplotě 200 °C.

Experimenty probíhaly s molekulárním vodíkem (vypnuto žhavení kapiláry) a s atomárním vodíkem (zapnuto žhavení kapiláry). Žhavení bylo realizováno při celkovém výkonu dopadajících elektronů na kapiláru 20 W. Komora byla přes zdroj napouštěna na tlak $p_{H_2} = 2,4 \cdot 10^{-8}$ Pa. Z korigované hodnoty bylo počítáno pokrytí molekulárním vodíkem v jednotkách Langmuir (L). Výsledky těchto depozic na Si(100) byly fitovány a plochy jednotlivých komponent vzájemně porovnány. Jako příklad byl vybrán 2p křemíkový pík s povrchovou rekonstrukcí 2 x 1 (viz měření LEED), který byl vystaven atomárnímu vodíku (100 L) a energie dopadajícího záření byla 145 eV. Teplota substrátu při depozici byla 200 °C. Toto měření a fitování je zobrazeno na obrázku 16(b). Je zřejmé, že došlo k výrazné změně tvaru píku narozdíl od čistého křemíku. Změna byla způsobena atomárním vodíkem, kdy docházelo k tvorbě vodíkových vazeb na povrchové up a down dimery. Vlivem uvedené vazby dochází k přeuspořádání povrchových atomů. Schéma příčného řezu křemíkového povrchu pasivovaného vodíkem je součástí popisovaného obrázku.

Pro názornou představu o rozdílném působení atomárního a molekulárního vodíku na povrch Si(100) 2x1 je vedeno srovnání intenzit vazeb Si-H pro různá pokrytí, viz obrázek 17. Tyto experimenty potvrdily přítomnost atomárního vodíku ve svazku a tím i funkčnost termálního atomárního zdroje. Dosažené výsledky byly publikovány v [18], kde je také studována interakce atomárního vodíku s galliem na povrchu Si(100).



Obrázek 17: Vývoj komponenty odpovídající vodíkovým vazbám na křemíku Si(100) z 2p píku v závislosti na intenzitě pokrytí molekulárním nebo atomárním vodíkem, při teplotě 200 °C.

4 Iontově - atomární zdroj svazku GaN

Růst tenkých vrstev lze často úspěšně modifikovat pomocí intenzivních nízkoe-nergiových iontových svazků (1-100 eV). Experimenty s ionty jsou prováděny ve složitých zařízeních skládajících se ze zdrojů iontů a neutrálů. Jinou možností je vytvoření jednoho iontově-atomárního zdroje, který umožní získat současně svazky iontů i neutrálních částic.

4.1 Iontově - atomární svazky Ga/N – aplikace

GaN vrstvy a příbuzné sloučeniny nitridů III-V skupiny demonstrují svůj vysoký potenciál využití v mikroelektronice, vysokofrekvenční elektronice a optoelektronice (modrá, ultrafialová laserová dioda, atd.). Právě GaN se jeví jako velmi perspektivní materiál pro polovodičový průmysl, především z důvodu širokého přímého zakázaného energiového pásu ($E_g = 3,9$ eV při pokojové teplotě).

Velký význam pro optoelektroniku má skutečnost, že se jedná o přímý přechod mezi valenčním a vodivostním pásem. Tato vlastnost umožňuje využití GaN pro konstrukci zdroje koherentního i nekoherentního záření. Polovodiče na bázi nitridů mají díky silným vazbám mezi atomy výbornou chemickou i tepelnou stabilitu a také jsou značně odolné vůči záření. Dřívějším studiím růstu homogenních ultratenkých vrstev bylo zjištěno, že v mnoha případech může dojít k zefektivnění růstu bombardováním substrátu ionty v průběhu depozice [19]. Ionty dopadající na substrát tvoří povrchové defekty, jež mohou sloužit jako nukleační místa pro následně dopadající nízkoe-nergiové (0,1 - 1 eV) atomy. Tímto vytvářením nukleačních míst na povrchu dochází k zvyšování množství zárodečných ostrůvků [20]. Vzniká tak mnoho malých ostrůvků, což má za následek hladší morfologii vrstvy oproti vrstvě složené z malého množství velkých ostrůvků.

Iontové svazky lze užít také k přípravě sloučenin materiálů, například už zmíněný GaN. Energie substrátu spolu s energií dopadajících iontů může přispět k zvýšení pravděpodobnosti vzniku chemických vazeb, které by se jinak utvářely velmi obtížně (s malou pravděpodobností).

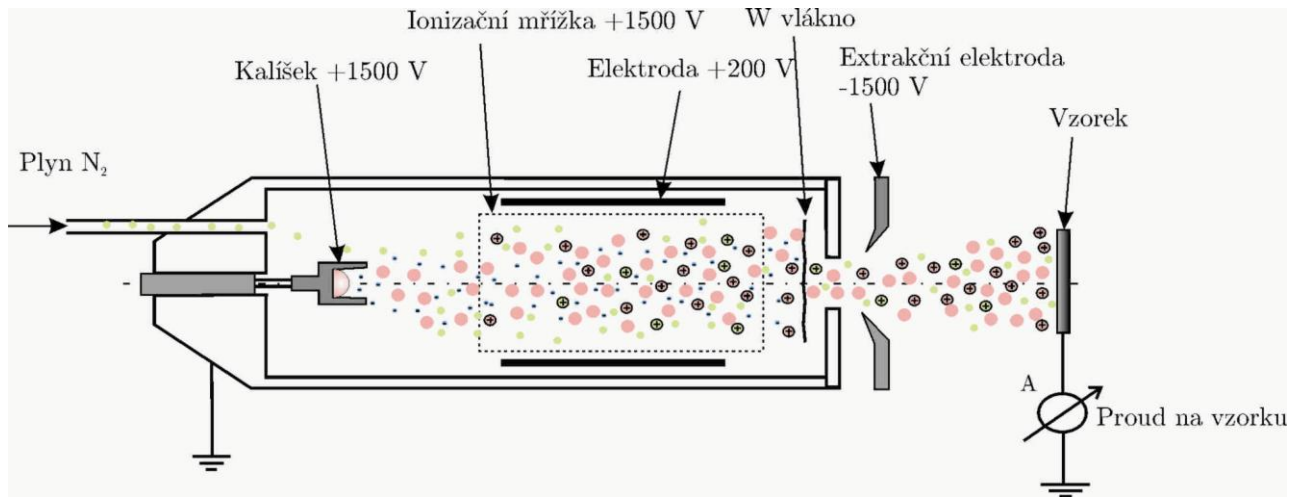
4.2 Požadavky kladené na iontově-atomární zdroj k depozici GaN

Pro vědecké účely laboratoře povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI bylo rozhodnuto zkonstruovat iontově-atomární zdroj, který by sloužil ke studiu vlivu iontových svazků na růst vrstev (GaN). Úkolem bylo vytvořit kompaktní zařízení, které by zahrnovalo současně efuzní celu (zdroj Ga) a elektronově-srážkový iontový zdroj (ionty dusíku). Požadavky kladené na zdroj byly následující:

- získat intenzivní iontově-atomární svazek Ga/N,
- umožnit měnit vzdálenost kalíšku vůči ionizační mřížce,
- možnost změny poměru iontů k neutrálním částicím ve svazku,
- získat homogenní svazek pokrývající plochu $10 \times 10 \text{ mm}^2$,
- získat iontový svazek s definovanou energií iontů,
- získat ionty o nízké energii $E < 200 \text{ eV}$.

4.3 Popis funkce iontově-atomárního zdroje pro depozici GaN

Základním charakteristickým znakem navrženého zdroje je kovový kalíšek (případně kovová tyč) sloužící jako zásobník atomů (molekul). Kalíšek je ohříván dopadajícími urychlenými elektrony, které jsou extrahovány z wolframového vlákna, typickým napětím mezi kalíškem a vláknem v rozsahu (500 - 2500 V). Wolframové vlákno je žhaveno elektrickým proudem ($I_v = 2 \text{ A}$), termoemisí jsou emitovány elektrony o termální energii (0,1 - 1 eV). Tyto elektrony jsou urychleny potenciálem mřížky ($\sim 100 \text{ V}$) a následně vstupují do ionizačního prostoru. Ionizační prostor je ohraničen válcovou stínicí mřížkou, jež definuje uvnitř konstantní potenciál. Tudíž všechny elektrony v této části se pohybují rovnoměrně přímočaře s energií ($\sim 100 \text{ eV}$). Poté, co projdou ionizačním prostorem, jsou urychleny směrem na kalíšek vysokým potenciálem ($\sim 1500 \text{ V}$). Tyto dopadající elektrony ohřívají kalíšek na teplotu potřebnou pro vypařování daného materiálu (Ga). Vzniklý atomární svazek částic je efuzním tokem transportován ionizačním prostorem směrem na vzorek. V tomto prostoru je určitá část neutrálního atomárního svazku ionizována. Takto vzniklé kladné ionty jsou vysokým záporným potenciálem, jenž se nachází na extrakční elektrodě ($\sim -1500 \text{ V}$), vytahovány z prostoru iontově-atomárního zdroje. Ty poté dopadají na vzorek s energií rovnou rozdílu potenciálů mezi místem vzniku iontu a vzorkem. Stejným způsobem jako atomy vypařovaného materiálu lze také ionizovat i atomy plynu, který může být napouštěn do pracovní části zdroje. Tímto způsobem získáváme smíšený svazek neutrálních atomů (molekul) a iontů. Schematické uspořádání takového iontově-atomárního zařízení určeného k růstu tenkých vrstev GaN s využitím technologie IBAD-MBE je zobrazeno na obrázku 18.

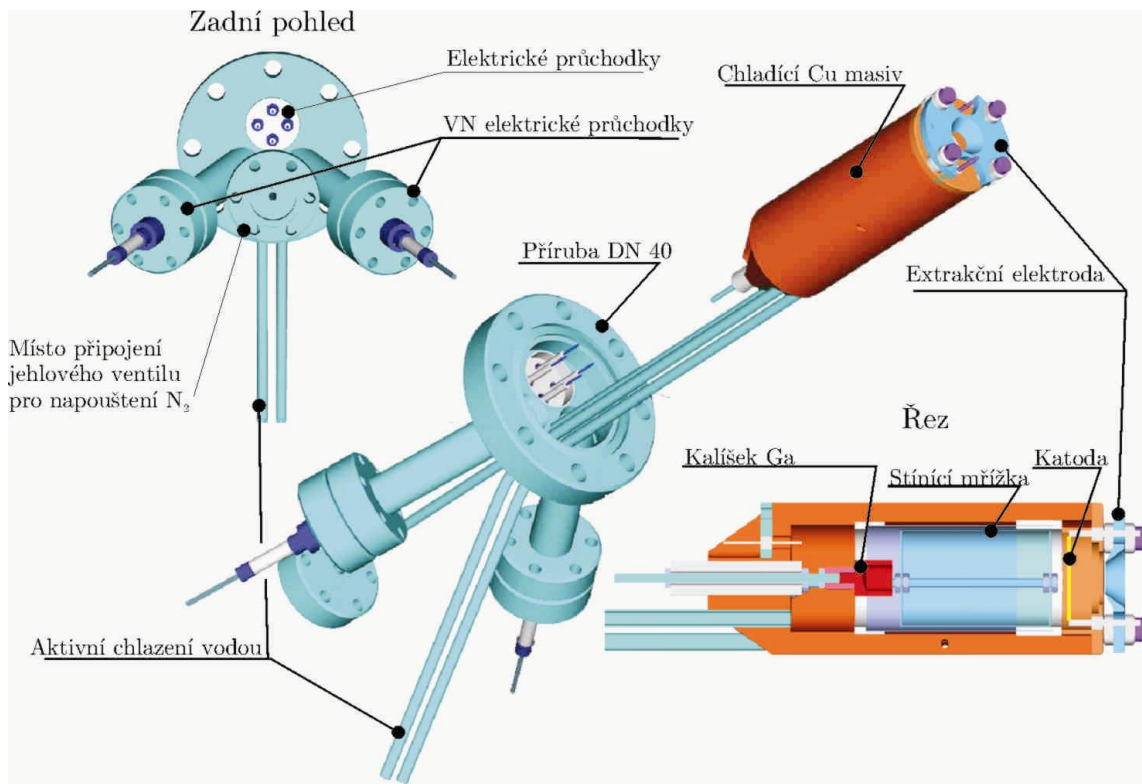


Obrázek 18: Schématické znázornění principu iontově-atomárního zdroje pro depozici GaN, s vyznačením typických hodnot elektrických potenciálů na elektrodách.

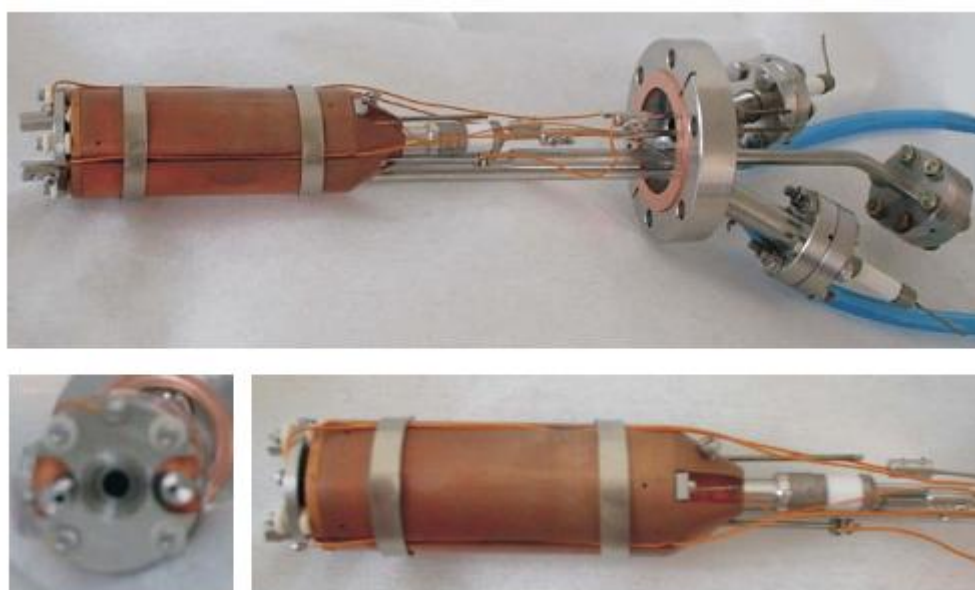
4.4 Konstrukční návrh iontově-atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev

Na jednotlivé konstrukční díly, ze kterých se skládá iontově-atomární zdroj, jsou různé požadavky na tvar a volbu materiálu. Při realizaci návrhu musely být dodrženy zásady konstruování pro UHV prostředí. Po analýze funkcí a vlastností jednotlivých částí iontově-atomárního zdroje pro depozici ultratenkých vrstev GaN byla vyhotovena výkresová dokumentace a vytvořen 3D model zdroje. Návrh zdroje v 3D podobě je zobrazen na obrázku 19. Na základě uvedeného 3D modelu byla vyhotovena kompletní výkresová dokumentace, která byla užita pro výrobu. K výrobě chladicího válce, jenž zároveň tvořil tělo zdroje, byla použita měď o velmi vysoké čistotě 99,995 % (tzv. Free - Oxygen Copper). Tento měděný chladicí masiv byl připájen k nerezovým trubičkám, které jsou určeny k přívodu a odvodu chladicí kapaliny (voda). Stejným způsobem byl připojen i přívod plynu do pracovní komory zdroje. Samotné tělo zdroje bylo přivařeno přes uvedené přívodní trubičky k přírubě DN 40. Na tuto přírubu bylo nutno ještě umístit dvě elektrické vysokonapětové (napětí na extrakci a kalíšek) a čtyři proudové průchodky. Fotografie navrženého a vyrobeného zdroje je zobrazena na obrázku 20.

Navržený iontově-atomární zdroj byl přijat patentovým úřadem za účelem získání patentu pod číslem 2008/023.



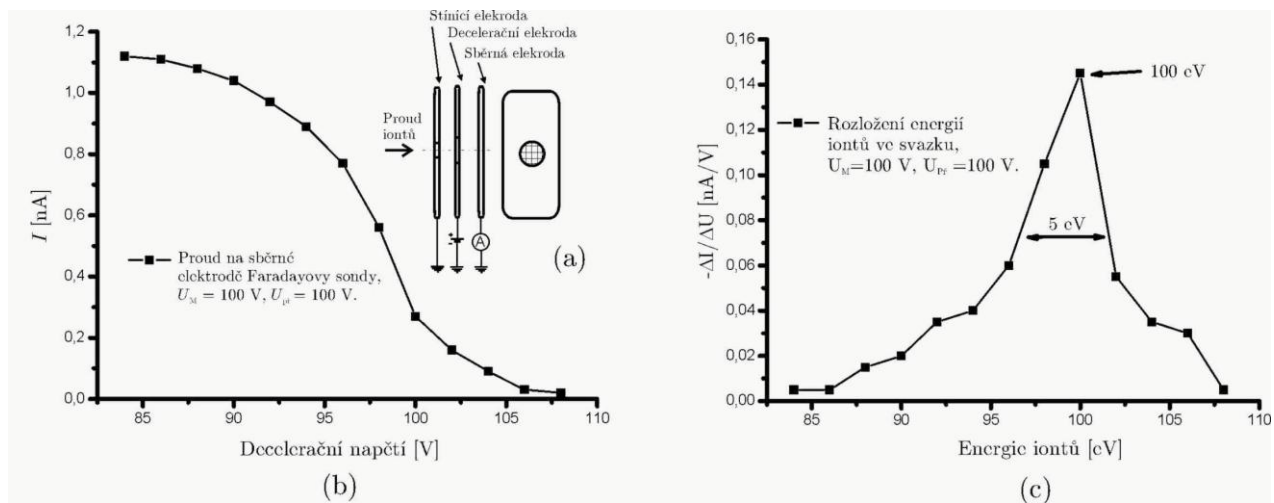
Obrázek 19: 3D model ionově-atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev.



Obrázek 20: Fotografie vyrobeného ionově-atomárního zdroje před instalací do UHV prostředí.

4.5 Testování ionově-atomárního zdroje

Cílem provádění těchto testů byla snaha získat iontový svazek a zmapovat základní povědomí o chování přístroje v módu iontový zdroj. Jak již bylo uvedeno, zdroj pracuje na principu elektronově-srážkového iontového zdroje s pracovním plynem N_2 . Pomocí jehlového UHV ventilu byl do vnitřního prostoru zdroje napouštěn dusík o čistotě 99,9999 %, dokud tlak v testovací komoře nedosáhl $p_{N_2} = 1,1 \cdot 10^{-4}$ Pa.



Obrázek 21: (a) Schéma decelerační elektrody opatřené mřížkou, (b) závislost iontového proudu na deceleračním napětí, (c) spektrum energií iontů obsažených ve svazku.

Energie iontů je jedním z důležitých parametrů charakterizující iontové svazky. Tato energie může zásadně ovlivnit vlastnosti rostoucí ultratenké vrstvy. Příliš vysoká energie dopadajících iontů může způsobovat odprašování deponovaného materiálu, případně také značně modifikovat kovát (poškozovat) podkladový substrát. Nicméně volbou vhodné energie iontů můžeme pozitivně působit na růst tenké vrstvy, případně významně ovlivňovat vlastnosti vzniklé vrstvy (anizotropie, drsnost povrchu, mechanické napětí ve vrstvě, . . .). Energie iontů byla měřena užitím Faradayovy sondy, kde na decelerační elektrodu bylo přiváděno kladné elektrické napětí. Přítomností tohoto takzvaného brzdného napětí lze odstínit ionty o energii rovné nebo nižší (vyjádření v eV) než je nominální hodnota tohoto napětí. Otvor v decelerační elektrodě o průměru $\phi = 3$ mm byl opatřen wolframovou mřížkou z důvodu získání konstantního potenciálu po celé ploše otvoru, jak je schematicky znázorněno na obrázku 21(a). Při tomto měření bylo čelo iontově-atomárního zdroje umístěno cca $X = 150$ mm od vstupního čela Faradayovy sondy a jako pracovní plyn byl použit dusík. Iontový proud dopadající na sběrnou elektrodu byl měřen pomocí pikoampérmetru (Keithley 420). Na obrázku 21 (b) je zobrazeno první měření pro základní nastavení iontově-atomárního zdroje, kdy na ionizační mřížce bylo přivedeno napětí $U_M = 100$ V a na přídavnou elektrodu napětí $U_{Pr} = 100$ V. Pro úplnost uvádím ještě ostatní parametry zdroje, proud vláknem $I_v = 6$ A, napětí na extrakční elektrodě $U_{Ex} = -260$ V a napětí na kalíšku $U_K = 100$ V. Pro úplnou představu je uvedeno na obrázku 21 (c) záporná derivace naměřených hodnot. Tato hodnota maxima energie iontů okolo 100 eV odpovídá nastavení zdroje a tím byl splněn jeden z cílů této práce.

5 Příprava vrstev GaN užitím iontově-atomárního zdroje

V předchozí kapitole byla stručně popsána konstrukce iontově-atomárního zdroje. V následující kapitole bude diskutována příprava ultratenkých vrstev GaN pomocí tohoto zdroje. Budou zde popsány úpravy iontově-atomárního zdroje, které bylo nutno provést z důvodu efektivní přípravy těchto vrstev.

5.1 Depozice GaN - uspořádání experimentu

K přípravě GaN ultratenkých vrstev iontově-atomárním zdrojem (kapitola 4) byla použita UHV aparatura, která je vybavena mimo jiné efuzní celou (zdroj Ga), iontovým zdrojem, termálním disociačním zdrojem (zdroj atomů vodíku), napařovací celou (zdroj Ge) a iontově-atomárním zdrojem. Tato UHV komora byla čerpána turbomolekulární vývěvou na magnetických ložiscích od firmy Leybold, pomocí níž byl dosažen mezní tlak $p_B = 2 \cdot 10^{-7}$ Pa. Iontově-atomární zdroj byl nainstalován pod úhlem 33° od svislé osy komory. Růst GaN s užitím iontově-atomárních svazků byl uskutečňován na povrch substrátu Si(111) 7x7, který byl dopován fosforem (od firmy ON Semiconductor).

5.2 Příprava Ga a GaN vrstev na povrchu Si(111) 7x7 pro $E = 100$ eV

Depozici GaN vrstev provázal problém s nastavením poměru iontů dusíku ku neutrálním atomům gallia, protože zdroj nebyl vybaven sondou snímající tok nabitých částic ze zdroje (fluxmetr). Svazek atomů Ga vystupujících z iontově-atomárního zdroje obsahuje určité procento nabitých částic, které je úměrné toku neutrálních částic Ga. Z těchto důvodů byl tok částic nastavován pomocí testovacího vzorku, na kterém byl měřen iontový proud I_T mezi tímto vzorkem a zemí pomocí citlivého pikoampérmetru. Po nastavení a ustálení toku iontů Ga^+ byl do vnitřní části zdroje napařován molekulární dusík až tlak v depoziční komoře dosáhl hodnoty $p_{\text{N}_2} = 1 \cdot 10^{-5}$ Pa. Přítomnost dusíku ve vnitřním prostoru iontově-atomárního zdroje způsobovala nárůst počtu elektronů dopadajících na kalíšek a ionizační mřížku. O tento nárůst elektronů musel být opraven i výkon ohřívající kalíšek (snížením žhavicího proudu vláknem). Nárůst elektronů se pohyboval v jednotkách mA a byl zapříčiněn převážně vyražením sekundárních elektronů vzniklých po dopadu iontů na vnitřní části zdroje.

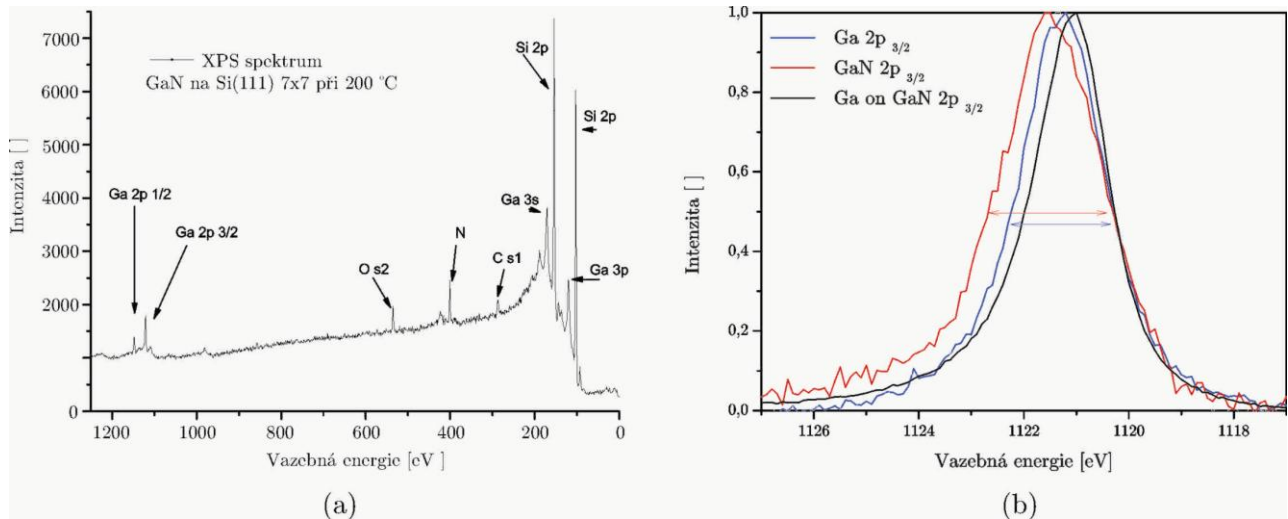
Po nastavení depozičních parametrů byl vzorek vystaven iontově-atomárnímu svazku po dobu $t = 30$ minut. Proud iontů $E = 100$ eV dopadající na vzorek po napařování dusíku byl $I_T = 800$ nA. Takto připravené ultratenké vrstvy byly analyzovány metodou XPS, jehož typický výsledek je zobrazen na obrázku 22(a). Ve spektru se nalézají jak pík Ga 2p (1122 eV), tak i pík N 1s (400 eV).

Vazba atomů dusíku s Ga se projeví změnou vazební energie elektronu a v XPS spektrech dojde k posunu Ga 2p_{3/2} píku směrem k vyšším vazebným energiím, respektive k nižší kinetické energii vystupujících fotoelektronů.

Z porovnání ultratenké Ga vrstvy (modrá čára) s GaN vrstvou (červená čára) je patrný posuv píku a rozdíl v šířce píků, jak je naznačeno na obrázku 22(b). Posuv píku není výrazný, jelikož se jednalo o velmi malé pokrytí (cca desetiny monovrstvy), při kterém dochází k posuvu píku vlivem zakřivení pásů na rozhraní polovodič (Si) kov

(Ga). Tento posuv může být na rozhraní Si a Ga až 0,7 eV [21]. Přideponováním jedné monovrstvy Ga z efuzní cely na námi připravený GaN došlo k jeho úplnému překrytí (černá čára) a posuvu maxima píku na pozici Ga (1120,7 eV). Změna šířky a asymetrie může poukazovat na přítomnost dvou vazeb Ga-N a Ga-Ga.

Nízké pokrytí vzorku bylo způsobeno převládajícím procesem odprašování gallia ionty o energii $E = 100$ eV. Z těchto důvodů bylo rozhodnuto provést depozici za nižší energie asistujících dopadajících iontů.

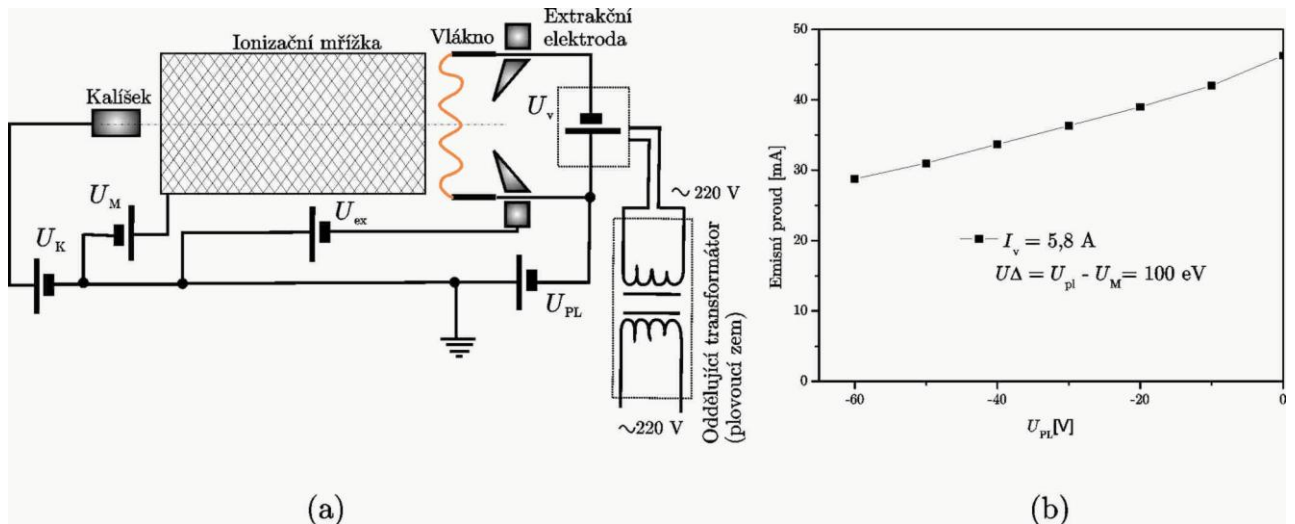


Obrázek 22: (a) Měřené XPS spektrum GaN deponované za teploty 200 °C , (b) porovnání Ga 2p_{2/3} píku.

5.3 Depozice Ga a GaN vrstev na povrchu Si(111) 7x7 pro $E < 100$ eV

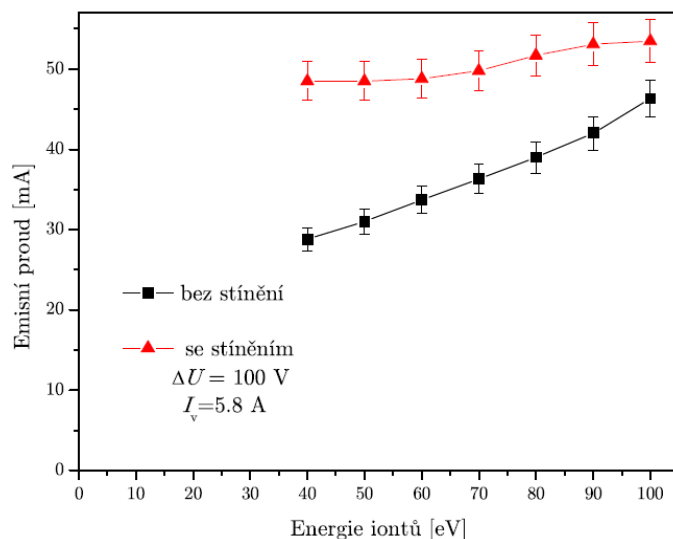
Energie dopadajících iontů je dána rozdílem potenciálu nastavených mezi ionizační mřížkou a vzorkem. Snížením napětí na ionizační mřížce, které určuje energii iontů, dochází také ke snížení proudu elektronů emitovaných z vlákna, což má negativní vliv na proud dopadajících elektronů na kalíšek i na snížení celkového iontového proudu. Snižováním elektrického napětí na mřížce se také mění energie elektronů ve vnitřním prostoru ionizační mřížky, tudíž dochází ke snížení ionizační účinnosti.

Jinou možností získání iontů o nižší energii je možnost snížení potenciálu vlákna vůči zemi (zapojení obvodu vlákna s plovoucí zemí) při zachování konstantního rozdílu potenciálů mezi vláknem a ionizační mřížkou. K tomuto účelu byl sestaven přenosný oddělovací transformátor, který odděloval napájecí zdroj vlákna od zemního potenciálu. Zapojení zdroje s oddělovacím transformátorem (plovoucí zemí) je schematicky znázorněno na obrázku 23 (a). Pro zmíněné zapojení byla měřena závislost emisního proudu elektronů z vlákna na potenciálu plovoucí země U_{PL} , který je zobrazen na obrázku 23 (b). Při měření byl potenciál mřížky přenastavován tak, aby byl zachován rozdíl potenciálů mezi ionizační mřížkou a vláknem $U_{\Delta} = 100$ V. Z výsledku je patrný pokles termoemisního proudu elektronů dopadajících na ionizační mřížky (proud mřížkou I_M). Tento pokles byl způsoben změnou trajektorie elektronů směrem ke stěně komory zdroje, která byla na potenciálu země. Z důvodu snížení elektrického potenciálu katody (vlákna) emitované termoemisí elektrony “vidí“ okolní stěny zdroje jako kladnou elektrodu.



Obrázek 23: (a) Schéma zapojení iontově-atomárního zdroje s oddělujícím transformátorem (plovoucí zemí), (b) vliv potenciálu plovoucí země na emisní proud elektronů dopadajících na ionizační mřížku.

Pro zamezení ztrát elektronů dopadajících na stěny zdroje byla navržena stínící elektroda. Tato elektroda byla umístěna okolo wolframového vlákna a měla odstínit elektrostatické pole od okolních stěn. Z konstrukčních důvodů (nedostatek místa pro přívod napětí do vnitřní části iontově-atomárního zdroje musela být tato stínící elektroda umístěna na elektrický potenciál vlákna, tudíž přichycena k jedné průchodce. Proud termoemisních elektronů v závislosti na energii iontů před (černá čára) a po instalaci (červená čára) stínící elektrody je znázorněn na obrázku 24. Z porovnání obou závislostí vyplývá skutečnost, že nedochází téměř k žádným ztrátám emisního proudu elektronů.



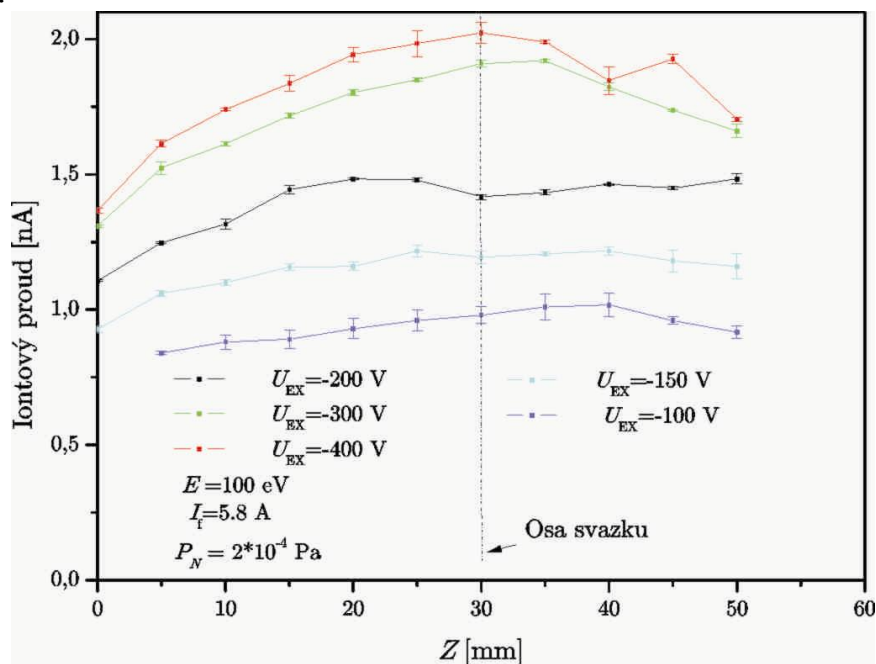
Obrázek 24: Vliv energie iontů (napětí mřížky) na emisní proud elektronů při zapojené plovoucí zemi se stíněním a bez stínění.

Tyto úpravy umožnily provádět depozici při energiích iontů menších než $E < 100$ eV. Byla provedena série depozic GaN vrstev s energií iontů $E = 50$ eV. Z výsledků zjištěných fitováním Ga $2p_{3/2}$ píku, bylo evidentní relativně malé procento zastoupení vazeb Ga-N (nejlepší výsledek 15,1 %) ve vrstvě. Z experimentů vyplý-

nula skutečnost, že nízké procento vazeb Ga-N mohlo být zapříčiněno nízkou hustou iontového proudu dusíku dopadající na vzorek.

5.4 Optimalizace iontově-atomárního zdroje - zvýšení hustoty iontů ve svazku

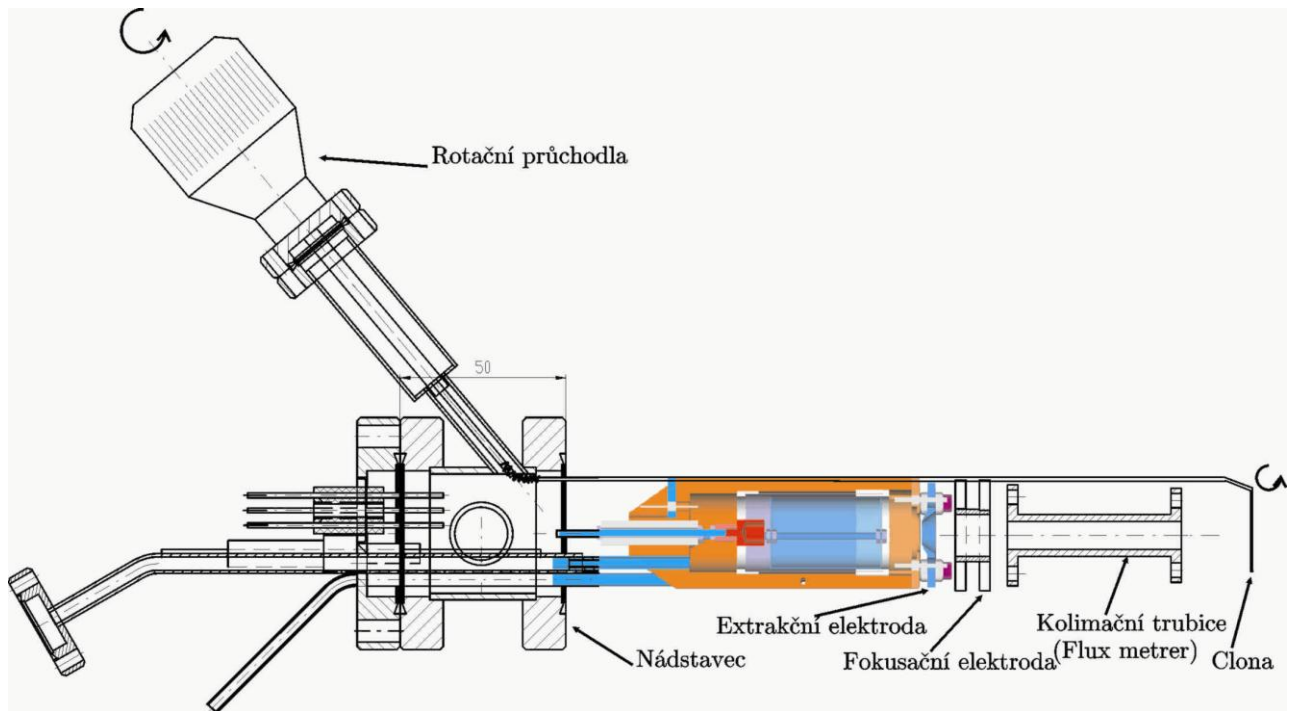
Při měření profilů iontových svazků Faradayovou sondou byla zjištěna silná divergence těchto svazků. Naměřené profily pro různá extrakční napětí jsou zobrazeny na obrázku 25.



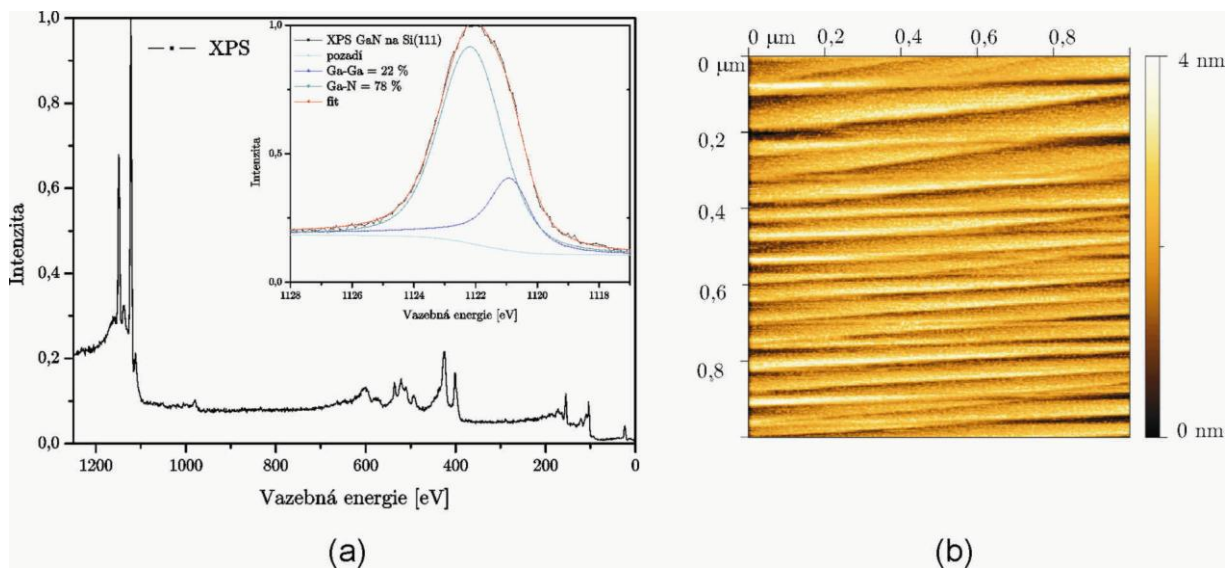
Obrázek 25: Profil svazku iontů dusíku měřený Faradayovou sondou pro různá extrakční napětí.

Zvýšení proudové hustoty iontů dusíku ve svazku lze realizovat vhodně volenou iontovou optikou, která by byla uchycena na čelní straně iontově-atomárního zdroje. Tyto fokusační elektrody je možné současně užit pro omezení toku neutrálních částic (kolimační trubice). Omezením svazku neutrálních částí kolimační trubicí je běžně používáno u komerčně vyráběných efuzních cel, kde je tímto způsobem omezeno napařování funkčních součástí v UHV komoře. Při návrhu fokusačních elektrod byla navržena současně pohyblivá clona, která umožní zaclonění svazku během depozice a tímto způsobem přesněji definovat tloušťku připravované vrstvy. Umístění rotační průchodky a fokusačních elektrod je znázorněna na obrázku 26. Tímto opatření dovolilo získat až 20-krát intenzivnější svazek dusíkových iontů.

Po těchto optimalizačních úpravách byly nalezeny optimální parametry iontově-atomárního zdroje, které vedly k přípravě ultratenké vrstvy GaN na Si(111) 7x7. Tyto vrstvy byly analyzovány pomocí metod XPS a AFM-viz obrázek 27.



Obrázek 26: Rozmístění fokusačních elektrod a rotační průchodky umožňující manipulaci se clonou.



Obrázek 27. (a) XPS měření vrstvy GaN připravené užitím iontově-atomárního zdroje s ukázkou fitovaného Ga píku $2p_{3/2}$, (b) morfologie povrchu GaN na Si(111) měřeno pomocí AFM.

6 Závěr

Cílem disertační práce bylo studium problematiky atomárních a iontových svazkových systémů, které jsou užívány v oborech fyziky povrchů a tenkých vrstev. Studovaná oblast nachází uplatnění především v polovodičovém průmyslu a oboru nanotechnologií. Práce byla rozdělena do dvou pomyslných částí, které jsou věnovány návrhu a aplikaci UHV zařízení pro depozici ultratenkých vrstev. První část práce byla věnována problematice atomárních svazků formujících se v termálním disociačním zdroji a v druhé části byl probírán návrh a aplikace iontově-atomárního zdroje.

Studium zmíněných zařízení předcházelo uvedení do problematiky přípravy ultratenkých vrstev v podmínkách UHV a v následující druhé kapitole byla stručně nastiňena kinetická teorie plynů, jež sloužila jako podklad pro samostatný vývoj iontových a atomárních svazkových systémů, umožňujících přípravu ultratenkých vrstev.

Kapitola 3 je věnována termálním atomárním zdrojům poskytujícím svazky atomů o termální energii (0,1 - 1 eV). V úvodu kapitoly byl uveden stručný přehled aplikací svazků atomů kyslíku a vodíku. V rámci práce byla vypracována kompletní výkresová dokumentace a to včetně 3D modelu. Vyhotovený termální atomární disociační zdroj byl zprvu vybaven tantalovou kapilárou, která měla být užita ke studiu tvorby atomárních svazků atomů kyslíku. Později po provedení experimentů byla konstatována nevhodnost tohoto materiálu pro formování atomárních svazku kyslíku. Vlivem zvýšené teploty docházelo k oxidaci tohoto materiálu, až došlo k rozpadu kapiláry. Zde je nutno poznamenat, že přítomnost atomů kyslíku ve svazku nebyla prokázána. Vhodnější materiál pro konstrukci kapiláry pracující v kyslíkovém prostředí se jeví iridium. Nicméně jeho finanční nedostupnost nám nedovolovala provést s tímto materiálem další experimenty. Dále byly prováděny experimenty s disociací molekul vodíku. Pro tento účel byl zdroj vybaven wolframovou kapilárou. Pomocí kvadrupolového hmotnostního spektromeru byl detekován atomární vodík přítomný ve svazku. Tento zdroj byl následně užit při studiu interakce povrchu Si(100) s atomy vodíku metodou SR-PES (*Synchrotron Radiation Photoelectron Spectroscopy*). Aplikací iontově-atomárního zdroje byla věnována úvodní část 4. kapitoly. Byla vypracována kompletní výkresová dokumentace včetně 3D modelu. Vyrobený iontově-atomární zdroj byl postupně testován. V závěru kapitoly byly měřeny základní fyzikální vlastnosti iontově-atomárního svazku (energie iontů, profily svazku, . . .). Navržený a odzkoušený zdroj byl v závěru práce byl přihlášen na patentovém úřadě pod číslem 2008/023. Optimalizace iontově-atomárního zdroje byla také součástí práce Mgr. Tomáše Šamořila, která probíhala pod vedením autora této práce.

Poslední 5. kapitola se zabývá přípravou vrstev GaN na substrát Si(111) 7x7 pomocí uvedeného zdroje. Byly popsány experimenty za cílem depozice GaN a nezbytné úpravy iontově-atomárního zdroje. Po těchto úpravách bylo možno provádět depozice tenkých vrstev pro energie iontů v rozsahu (30÷100 eV). Popisované závěrečné úpravy vedly ke zvýšení maxima iontového proudu ve svazku na 20-ti násobek původní hodnoty. V rámci disertační práce byla vyhotovena dvě plně funkční zařízení pro přípravu ultratenkých vrstev. Ceny obdobných jednotlivých zařízení se pohybují kolem 1 000 000 Kč. Tyto zdroje také umožní další rozvoj výzkumu prováděného na oboru povrchu a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství.

LITERATURA

- [1] H. Pauly, *Atom, Molecule, and Cluster Beams I.*, Springer Berlin, (2000).
- [2] Jon R. Arthur, *Molecular beam epitaxy*, Surface Science, 500, pp 189-217., (2002).
- [3] J. A. Venables, *Introduction to Surface and Thin Film Processes*, Cambridge University Press, (2000).
- [4] J. Mach, Diplomová práce - *Návrh a konstrukce zdroje termálních svazků atomů dusíku*, VUT Brno, FSI, Ústav fyzikálního inženýrství, (2002).
- [5] Vályi, *Atom a Iont Source*, Akadémiai Kiadó, Budapešt, (1977).
- [6] C. Wyon, *Future technology for advanced MOS devices*, Nuclear Instrument and Methods in Physics, B 186, (2002), 380-391.
- [7] G. Bersuker, P. Zeitzo, G. Brown, and H.R Hu, *Dielectrics future transistor*, Materials Today, Januar, (2004).
- [8] U. Bishler at all, *Simple source of hydrogen for ultrahigh vacuum application*, J. Vac. Sci. Technologie, A 11(2), (1993).
- [9] K. Oura, V. G. Lifshits, A.A. Saranin, A. V. Zotov, M. Katayama, *Surface Science an Introduction*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, (2003).
- [10] Koji Sumitomo, Tadashi Kobayashi, Fumiya Shoji, and Kenjiro Oura, Itsuo Katayama, *Hydrogen mediated epitaxy of Ag on Si(111) as studied by low-energy ion scattering*, Physical Review Letters, vol. 66, n. 9, (1991).
- [11] Taykeyoshi Sugaya, Mitsuo Kawabe, *Low-Temperature Cleaning of GaAs Substrate by Atomic Hydrogen Irradiation*, Jap. Jour.of App. Physics, Vol. 30, No. A, (1991), pp. L402-L404.
- [12] P. Tomkiewicz, A. Winkler, J. Szuber, *Comparative study of the GaAs(100) surface cleaned by atomic hydrogen*, Applied Surface Science 252, (2006), pp. 7647-7658.
- [13] M. Draxler, M.Walker, C.F. McConville, *Formation of metallic indium during atomic hydrogen cleaning of InN(0001) surfaces*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 249, pp. 886889 (2006).
- [14] Hong Jie Jin, Masaharu Shiratani, Yasuhiro Nakatake, Tsuyoshi Fukuyawa, Toshio Kinoshita, Yukio Watanabe and Masaharu Tozofuku, *Conformal depositi-*

on of highpurity copper using plasma reactor with H atom source, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 38, pp. 4492- 4495, (1999).

- [15] H. Ohnishi, Y. Yamamoto, I. Katayama, Y. Ohba, K. Oura, *Hydrogen-Induced Ag Cluster Formation on The Si(111) Root-3X-Root-3 (R30-Degrees)-Ag Surface Observed By Scanning-Tunneling-Microskopy* , Jpn. J. Appl. Phys., 33 (1994) L 1106.
- [16] Yasushi Yamauchi, Xin Ju, Taku Suzuki, Mitsunori Kurahashi, *Metastable-atom-stimulated desorption from hydrogen-passivated silicon surfaces*, Surface Science, 528, pp. 9196 (2003).
- [17] R. Hesse, T. Chassé, R. Szargan, *Peak shape analysis of core level photoelectron spectra usány UNIFIT for WINDOWS*, J. Anal. Chem., 365:4854, (1999).
- [18] Mach, J.; Čechal, J.; Kolíbal, M.; Potoček, M.; Šíkola, T., *Atomic hydrogen induced gallium nanocluster formation on the Si(100) surface*. Surface Science, 2008, roč. 602, č. 10, pp. 1898-1902. (2007).
- [19] W. Ensinger, *Ion source for ion beam assisted thin-film deposition*, Rev. Sci. Instrument. 63, (11), (1992).
- [20] J. Kirschner, H. Engelhard a D. Hartung, *An evaporation source for ion beam assisted deposition in ultrahigh vacuum*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 73, No. 11, (2002).
- [21] J. Čechal, M. Kolíbal, P. Kostelník, T. Šíkola, *Gallium structure on the Si(111)-(7x7) surface influence of Ga coverage and temperature*, J. Phys.: Condens. Matter, 19(2007), 016011 (15pp).

ŽIVOTOPIS

Vzdělání a akademická kvalifikace

- 2002–dosud, doktorské studium, FSI VUT v Brně, obor Fyzikální a materiálové inženýrství
- 2000, Ing., Fakulta strojního inženýrství, VUT v Brně, obor Fyzikální inženýrství

Přehled zaměstnání

- 2005–dosud, technický pracovník, Ústav fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně

Pedagogická činnost

- 2002–dosud, výuka na FSI VUT v Brně, předměty: Fyzika I, Fyzikální praktikum

Akademické stáže

- 2000, šestiměsíční pobyt na Université Joseph Fourier, Grenoble, Francie

Projekty

- Grant FSI 2003, Návrh a konstrukce zdroje termálních svazků atomů kyslíku.
- Grant FSI 2004, Návrh a konstrukce iontově-atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev.
- Struktury pro nanofotoniku a nanoelektroniku, (2006-2010).
- Užití sondové mikroskopie v nanovědách, (2004-2008).

PUBLIKACE

- [P1] BARTOŠÍK, M.; KOLÍBAL, M.; ČECHAL, J.; **MACH, J.**; ŠIKOLA, T. Selective growth of metallic nanostructures on surfaces patterned by AFM local anodic oxidation. *JOURNAL OF NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY*, 2009, roč. 9, č. 10, s. 5887-5890. ISSN: 1533- 4880.
- [P2] ČECHAL, J.; TOMANEC, O.; ŠKODA, D.; KOŇÁKOVÁ, K.; HRNČÍŘ, T.; **MACH, J.**; KOLÍBAL, M.; ŠIKOLA, T. Selective growth of Co islands on ion beam induced nucleation centers in a native SiO₂ film. *Journal of Applied Physics*, 2009, roč. 105, č. 8, s. 084314-84319. ISSN: 0021- 8979. 2008.
- [P3] **MACH, J.**; ČECHAL, J.; KOLÍBAL, M.; POTOČEK, M.; ŠIKOLA, T. Atomic hydrogen induced gallium nanocluster formation on the Si(100) surface. *Surface Science*, 2008, roč. 602, č. 10, s. 1898-1902. ISSN: 0039- 6028. 2007.
- [P4] ČECHAL, J.; **MACH, J.**; VOBORNÝ, S.; KOSTELNÍK, P.; BÁBOR, P.; SPOUSTA, J.; ŠIKOLA, T. A study of Ga layers on Si(100)-(2x1) by SR-PES: influence of adsorbed water. *Surface Science*, 2007, roč. 601, č. 9, s. 2047-2053. ISSN: 0039-6028.
- [P5] PRŮŠA, S.; KOLÍBAL, M.; BÁBOR, P.; **MACH, J.**; ŠIKOLA, T. Analysis of thin films by TOF-LEIS. *ACTA PHYSICA POLONICA A*, 2007, roč. 111, č. 3, s. 335-341. ISSN: 0587-4246. 2005
- [P6] BÁBOR, P.; POTOČEK, M.; URBÁNEK, M.; **MACH, J.**; SPOUSTA, J.; DITTRICHOVÁ, L.; SOBOTA, J.; BOCHNÍČEK, Z.; ŠIKOLA, T. *Depth Profiling of Ultrathin Films and Their Multilayers by DSIMS*. 1. Seville: 2005.
- [P7] BÁBOR, P.; POTOČEK, M.; URBÁNEK, M.; **MACH, J.**; SPOUSTA, J.; DITTRICHOVÁ, L.; SOBOTA, J.; BOCHNÍČEK, Z.; ŠIKOLA, T. *Depth Profiling of Ultrathin Films and Their Multilayers by DSIMS*. 1. Manchester: 2005. s. 178 (1 s.).
- [P8] VOBORNÝ, S.; **MACH, J.**; POTOČEK, M.; KOSTELNÍK, P.; ČECHAL, J.; BÁBOR, P.; SPOUSTA, J.; ŠIKOLA, T. *Analysis of GaN Ultrathin Films grown by Direct Ion Beam Deposition*. 1. Vienna: 2005. s. 117 (1 s.). 2004
- [P9] VOBORNÝ, S., **MACH, J.**, KOLÍBAL, M., ČECHAL, J., BÁBOR, P., POTOČEK, M., ŠIKOLA, T. A study of Early Periods of GaN Ultrathin Film Growth. In *New Trends in Physics*. Brno: VUT v Brně, 2004. s. 270-273. ISBN: 80-7355-024-5.
- [P10] VOBORNÝ, S.; **MACH, J.**; ČECHAL, J.; KOSTELNÍK, P.; TOMANEC, O.; BÁBOR, P.; SPOUSTA, J.; ŠIKOLA, T. Application of Complex UHV Apparatus in a Study of Low-temperature Gallium-nitride Ultrathin Film Growth. *Jemná mechanika a optika*, 2004, roč. 9, č. 9, s. 265-269. ISSN: 0447-6411.
- [P11] VOBORNÝ, S.; KOLÍBAL, M.; **MACH, J.**; ČECHAL, J.; BÁBOR, P.; PRŮŠA, S.; SPOUSTA, J.; ŠIKOLA, T. Deposition and in-situ characterization of ultra-thin films. *Thin Solid Films*, 2004, roč. 459, č. 1-2, s. 17-21. ISSN: 0040-6090. 2003
- [P12] PRŮŠA S., KOLÍBAL M., BÁBOR P., **MACH J.**, JURKOVIČ P., ŠIKOLA T., "Analysis of thin films by TOF LEIS", Článek ve sborníku EVC, 23.6.2003.

PATENTY A FUNKČNÍ VZORKY

- MACH ŠIKOLA, T.: *Iontově atomární zdroj s nízkou energií iontů*, podaná žádost na patentovém úřadě pod číslem 2008/023, A2/ 518.
- MACH, J.; ŠIKOLA, T.: *Zdroj atomů vodíku.; Termální disociační zdroj atomů vodíku.* A2/ 518. (funkční vzorek).

ABSTRAKT

V disertační práci je popsán vývoj dvou zařízení pro přípravu ultratenkých vrstev v UHV (ultravysoké vakuum) podmínkách. Je zde stručně popsána teorie atomárních svazků. Důraz je kladen na konstrukci popisovaných zdrojů. V první části je popsána a konstrukce termálního atomárního zdroje poskytující svazky atomů kyslíku nebo vodíku. My popisujeme návrh a konstrukci iontově-atomárního zdroje pro depozici s asistencí iontových svazků. Zařízení kombinuje principy efuzní celu s iontovým elektron srážkový zdrojem poskytuje iontově-atomární svazek o energii iontů (30-100 eV). Zdroj byl úspěšně užít pro depozici GaN vrstev na Si(111) 7x7

ABSTRACT

In the thesis the development of two equipment for preparation of ultrathin films under ultrahigh vacuum conditions (UHV) is discussed. Here, additionally to a brief description of theoretical principles, more details on the design of these units are given. In the first part the design of a thermal source of oxygen or hydrogen atomic beams is discussed. Further, a design and construction of an ion-atomic beam source for ion-beam assisted deposition of thin films is detailed. The source combines the principles of an efusion cell and electron-impact ion beam source generating ions of (30 – 100) eV energy. The source has been successfully applied for the growth of GaN on the Si(111) 7x7 substrate under room temperature.