



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

## ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

## VYTVÁŘENÍ TENKÝCH KOVOVÝCH VRSTEV MAGNETRONOVÝM NAPRAŠOVACÍM ZAŘÍZENÍM

DEPOSITION OF THIN METAL LAYERS BY VACUUM MAGNETRON SPUTTERING DEVICE

### BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

**Mariia Rogozhnikova**

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

**Ing. Dávid Strachala**

**BRNO 2017**

# Bakalářská práce

bakalářský studijní obor **Mikroelektronika a technologie**

Ústav elektrotechnologie

**Studentka:** Mariia Rogozhnikova

**ID:** 173734

**Ročník:** 3

**Akademický rok:** 2016/17

**NÁZEV TÉMATU:**

## Vytváření tenkých kovových vrstev magnetronovým naprašovacím zařízením

**POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:**

Prostudujte princip vytváření tenkých kovových vrstev a jejich aplikace. Na pracovišti Ústavu elektrotechnologie se seznámte s vakuovým magnetronovým naprašovacím zařízením NP-12. Na vhodném substrátu vytvořte pokusné vzorky. Optimalizujte parametry procesu přípravy vzorků a realizované vzorky z hlediska kvality naprašovaných vrstev vyhodnoťte.

**DOPORUČENÁ LITERATURA:**

Podle pokynů vedoucího práce.

**Termín zadání:** 6. 2. 2017

**Termín odevzdání:** 8.6.2017

**Vedoucí práce:** Ing. Dávid Strachala

**Konzultant:**



  
**doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.**  
předseda oborové rady

**UPOZORNĚNÍ:**

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

## **Abstrakt:**

Tato bakalářská práce je zaměřena na popis magnetronového naprašovacího zařízení NP 12 pro depozici tenkých kovových vrstev. V práci je nejprve uvedena problematika kovových vrstev, následuje přehled metod jejich vytváření a popis magnetronového naprašování. V praktické části došlo k vytvoření manuálu k ovládání naprašovacího zařízení a poté k realizaci deseti vzorků. Naprášena byla měď, hliník a titan na skleněný a křemíkový substrát a zároveň byly zjištěny vhodné procesní parametry zařízení. V závěru práce došlo k vyhodnocení vzorků z hlediska rovinnosti povrchu a čistoty naprášených vrstev za pomoci AFM, SEM měření.

## **Klíčová slova:**

Tenké kovové vrstvy, metody vytvoření tenkých kovových vrstev, magnetronové naprašování, naprašovací zařízení, procesní parametry, AFM měření, SEM měření.

## **Abstract:**

This bachelor's thesis is focused on description of magnetron sputtering device NP 12 for the thin metal layers forming. In this work is mentioned the issue of metal layers, is given an overview of the methods of their forming and description of magnetron sputtering. Practical part of this thesis describes creation of the NP 12 sputtering device controlling instructions and creation of ten working samples. Copper, aluminum, and titanium layers were sputtered on a glass and silicon substrate bases. An appropriate processing parameters have been defined experimentally. The conclusion of this final work gives analyzes of surface flatness and purity of the sputtered layers using AFM and SEM measurements methods.

## **Keywords:**

Thin films, methods of creating thin films, magnetron sputtering, magnetron sputtering device, appropriate processing parameters, AFM, SEM.

ROGOZHNIKOVA,M. *Vytváření tenkých kovových vrstev magnetronovým naprašovacím zařízením*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav elektrotechnologie, 2017. 46 s. Bakalářská práce. Vedoucí práce: Ing. Dávid Strachala.

# PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci na téma Vytváření tenkých kovových vrstev magnetronovým naprašovacím zařízením jsem vypracovala samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

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

V Brně dne .....

.....

(podpis autora)

# PODĚKOVÁNÍ

Děkuji svému vedoucímu bakalářské práce Ing. Dávidu Strachalovi za odborné vedení, trpělivost, cenné rady a konzultace, které mi poskytl během práce. Děkuji také za pomoc při gramatické kontrole práce.

# Obsah

<b>Úvod</b> .....	<b>- 8 -</b>
<b>1. Tenké vrstvy</b> .....	<b>- 9 -</b>
1.1. Úvod do problematiky .....	- 9 -
1.2. Mikrostruktura .....	- 9 -
1.3. Uplatnění a použití tenkých vrstev .....	- 10 -
<b>2. Způsoby nanášení tenkých kovových vrstev</b> .....	<b>- 11 -</b>
2.1. Chemická depozice z plynné fáze – CVD .....	- 11 -
2.2. Fyzikální depozice z plynné fáze – PVD.....	- 12 -
2.3. Srovnání používaných metod .....	- 13 -
<b>3. Magnetronové naprašování</b> .....	<b>- 14 -</b>
3.1. Katodové odprašovací stejnosměrné systémy .....	- 14 -
3.2. Princip magnetronového naprašování .....	- 14 -
3.3. Působení magnetického a elektrického pole na elektrony .....	- 17 -
3.4. Iontové zdroje .....	- 19 -
3.4.1. Penningův zdroj iontů .....	- 19 -
3.4.2. Kaufmanův zdroj iontů .....	- 20 -
3.5. Základy plazmatu .....	- 21 -
<b>4. Magnetronové naprašovací zařízení NP12</b> .....	<b>- 22 -</b>
4.1. Použití a parametry .....	- 22 -
4.2. Ovládání a uvedení zařízení do provozu při naprašování vzorku .....	- 24 -
<b>5. Příprava vzorku mědi, hliníku a titanu naprašováním</b> .....	<b>- 27 -</b>
5.1. Příprava mědi na křemíkovém a skleněném substrátu. ....	- 28 -
5.1.1. Naprašování mědi na křemíkový a skleněný substrát při zvýšené teplotě pracovní komory .....	- 29 -
5.2. Příprava hliníku na křemíkovém a skleněném substrátu. ....	- 30 -
5.3. Příprava titanu na křemíkovém a skleněném substrátu. ....	- 31 -
5.4. Shrnutí parametrů potřebných k naprašování vzorků u magnetronového naprašovacího zařízení NP 12 .....	- 32 -
<b>6. Vyhodnocení naprašovaných vzorků</b> .....	<b>- 33 -</b>
6.1. Analýza substrátu prostřednictvím AFM mikroskopu .....	- 33 -

6.1.1.	Analýza měděných vrstev .....	- 34 -
6.1.2.	Analýza hliníkové vrstvy .....	- 37 -
6.1.3.	Analýza titanové tenké vrstvy .....	- 38 -
6.2.	Prvková analýza vzorků.....	- 39 -
6.2.1.	Prvková analýza vzorku s měděnou vrstvou .....	- 39 -
6.2.2.	Prvková analýza vzorku s hliníkovou vrstvou .....	- 39 -
6.2.3.	Prvková analýza vzorku s titanovou vrstvou.....	- 40 -
6.3.	Měření SEM .....	- 40 -
<b>7.</b>	<b>Závěr .....</b>	<b>- 41 -</b>
	<b>Literatura .....</b>	<b>- 43 -</b>
	<b>Seznam symbolů, veličin a zkratk .....</b>	<b>- 45 -</b>

# Úvod

V posledních desetiletích popularita tenkovrstvých materiálů rychle roste. Tenké vrstvy jsou široce používány jako různé funkční povlaky pro zlepšení pevnosti, odolnosti proti korozi a také pro zlepšení magnetických a elektrických vlastností materiálů používaných v letectví, strojírenství, medicíně, energetice a mikroelektronice. Použití tenkovrstvých materiálů je efektivní způsob pro vyřešení problémů miniaturizace a snížení množství potřebného materiálů pro zařízení různých účelů. Dá se říci, že bez tenkovrstvé technologie dnes není možné vyvinout mnohá technická zařízení.

Předkládaná práce se nejprve zabývá teoretickým popisem tenkých kovových vrstev, poté způsobem jejich naprašování pomocí magnetronového naprašovacího zařízení NP 12. V praktické části bakalářské práce byly naprašováním připraveny vzorky kovových vrstev na dvou podkladech. Došlo k naprašování mědi, hliníku a titanu na sklo a na křemíkový substrát. Pro zkoumání vlivu teploty na tvorbu vrstvy byla naprašena měď za zvýšených teplot – 65 °C a 100 °C.

Během praktického vytváření tenkých kovových vrstev došlo k seznámení s funkcí a osvojení si ovládnutí naprašovacího magnetronového zařízení NP 12. Byly zjištěny vhodné parametry pro depozice každé z použitých kovových vrstev a vytvořen návod pro ovládnutí zařízení NP12.

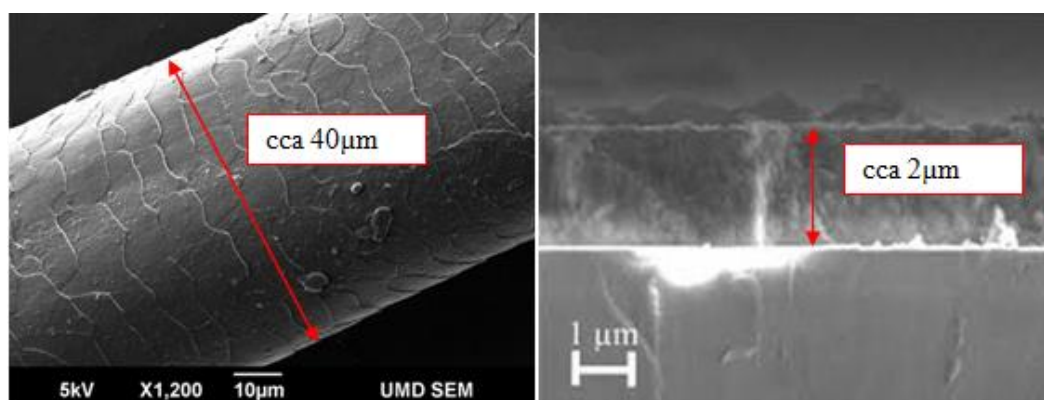
Závěrem byl prozkoumán povrch výsledných naprašovaných vrstev pod SEM mikroskopem, dále byla provedena prvková analýza vzorků a analýza topografie povrchu pomocí AFM mikroskopu. Ze získaných dat byla vyhodnocena rovinnost nánosu vytvořených vrstev a kontaminace realizovaných vrstev nechtěnými prvky.

# 1. Tenké vrstvy

## 1.1. Úvod do problematiky

Tenké vrstvy kovů, dielektrik a polovodičů se uplatňují v mnoha oblastech techniky, především v mikro a nanoelektronice. V podstatě jsou tenká podložka (substrát) nanášené materiály s tloušťkou v rozmezí od několika desítek nanometrů až po jednotky mikrometrů viz obr 1.1. [1].

Pro srovnání je na obrázku 1.1. vlevo lidský vlas, vpravo je nanášená vrstva na základním materiálu – substrátu.



Obr. 1.1. Tloušťka lidského vlasu a tenké vrstvy Ti-Si-C [2].

Studium tenkých vrstev se těší velkému vědeckému zájmu. Fyzikální chování tenkých vrstev je jiné, než u objemových materiálů. Důvodem je vliv velmi malých rozměrů. Změnu těchto vlastností ovlivňuje použitá depoziční technologie, neboť probíhá při termodynamických nerovnovážných podmínkách a iniciuje vznik metastabilních fází. Z tohoto důvodu vznikají významné změny ve fyzikálních a chemických vlastnostech materiálu, jakými je odlišná elektrická vodivost a hodnota termodynamických parametrů [1].

## 1.2. Mikrostruktura

Mikrostruktura vrstvy se může značně lišit od struktury použitých materiálů o stejném složení. Vlastnosti tenkých vrstev ve velké míře závisí na jejich morfologii. Strukturální defekty objemového materiálu, které nemají žádný významný vliv na jeho vlastnosti, mohou u tenké vrstvy výrazně ovlivnit její chování [1].

Práce se zabývá tenkovrstvými materiály vytvořenými za pomoci magnetronového naprašování. Hlavní faktory ovlivňující mikrostrukturu takových vrstev jsou [1]:

- průtok pracovního plynu
- teplota substrátu,
- depoziční rychlost,
- chemické složení vrstvy,
- drsnost povrchu substrátu,
- chemické složení substrátu,

### 1.3. Uplatnění a použití tenkých vrstev

Existují dielektrické, vodivé, magnetové, supravodivé vrstvy, které mají různé funkce. V elektronice se nejčastěji používají vodivé tenké kovové vrstvy [1].

Tenké kovové vrstvy se uplatňují například v hybridních integrovaných obvodech, kde se tenkými vrstvami tvoří rezistory, kondenzátory s malou kapacitou a cívky. V integrovaných obvodech (IO) se používají tenkovrstvé kontaktní plošky a cestičky [1]. Kovovými vrstvami jako je hliník Al, zlato Au a měď Cu, se tvoří kontakty na polovodičích a Schottkyho bariéry.

Téměř v každé průmyslové aplikaci jsou povrchy materiálů pokryté nějakou tenkou vrstvou, buď úmyslně nadeponovanou, nebo absorbovanou z okolního prostředí.

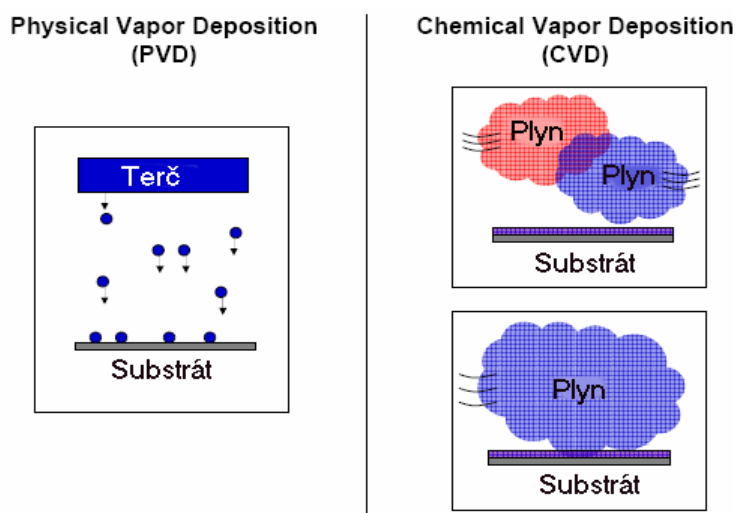
Ve strojírenství se používají velmi odolné vrstvy jako například  $TiN_x$ ,  $TiAlN_x$  a C-diamant, které se nanášejí na řezné nástroje (vrtáky, frézky, pilky). Tím se několikanásobně prodlužuje jejich životnost. Dále se také používají optické vrstvy k antireflexnímu pokrytí čoček, na interferenční filtry a k nanesení reflexních vrstev zrcadel.

Pro své možnosti použití jsou velmi zajímavé průhledné vrstvy ve viditelné oblasti spektra, které jsou přitom elektricky vodivé. Lze je použít k povrchové úpravě skla, nebo 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 solárním článkům. Své uplatnění naleznou i jako infračervená zrcadla, která jsou vhodná např. k opláštění budov a skleníků. 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) – např. v digitálních hodinkách, kalkulačkách, počítačích, měřicích přístrojích, hracích automatech atd. K transparentním a elektricky vodivým vrstvám se řadí tenké vrstvy typu ZnO,  $SnO_2$ ,  $In_2O_3$ , popřípadě se vrstvy dopují různými příměsemi pro zlepšení elektrických a optických vlastností, např.  $ZnO:Al$ ,  $ZnO:In$ ,  $SnO_2:F$ ,  $SnO_2:Sb$ ,  $In_2O_3:Te$ ,  $In_2O_3:Sn$  [11].

Na každou z aplikací jsou kladeny odlišné nároky a každý materiál v kombinaci se substrátem vykazuje jiné optické, adhezní a korozní vlastnosti [1]. K dosažení požadovaných vlastností tenkých vrstev je proto nutné zvládnout a pochopit proces jejich vytváření. V rámci této práce bude optimalizován proces naprašování tenkých kovových vrstev prostřednictvím magnetronového naprašovacího zařízení NP12 na Ústavu elektrotechnologie, VUT.

## 2. Způsoby nanášení tenkých kovových vrstev

V současné době existuje více způsobů nanášení tenkých vrstev, které můžeme rozdělit do dvou skupin. Jsou to chemické metody CVD – Chemical Vapor Deposition a fyzikální metody PVD – Physical Vapor Deposition [1]. Jejich přibližný princip a porovnání jsou znázorněné na obrázku 2.1.

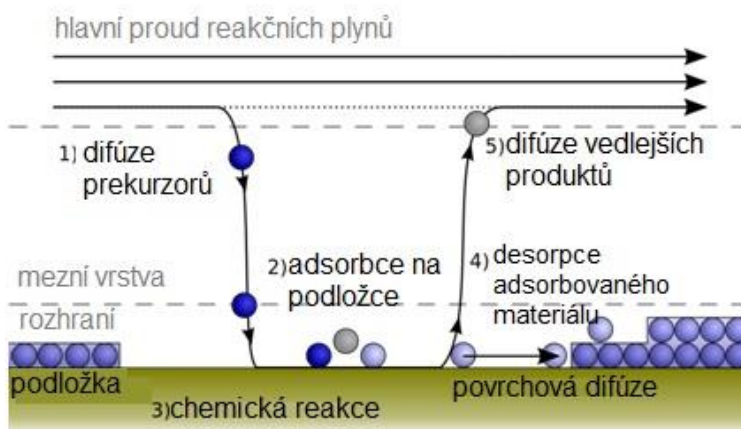


Obr. 2.1. Rozdělení depozice tenkých vrstev [3].

Takové rozdělení přímo souvisí s podmínkami, za kterých probíhá depozice materiálu.

### 2.1. Chemická depozice z plynné fáze – CVD

CVD je technologický postup vytváření tenkých vrstev, který využívá chemické reakce v plynné fázi. Jedná se o reakce mezi více prekurzory, nebo rozkladnou reakci jedné látky. CVD probíhá za zvýšené teploty a vedlejší produkty chemických procesů jsou odsáty vakuem, nebo odstraněny proudem plynu [4]. Princip technologie CVD je znázorněn na obrázku 2.2.



Obr. 2.2. Princip nanášení technologií CVD [7].

Proces nanášení vrstev chemickou depozicí z plynné fáze v sobě zahrnuje [4]:

- přípravu směsí prekurzorů a inertního nosného plynu
- transport částic plynné fáze na substrát
- absorpci částic plynné fázi na povrch substrátu
- rozložení prekurzorů na povrchu substrátu a vytvoření vrstvy
- odstranění produktů reakce

## 2.2. Fyzikální depozice z plynné fáze – PVD

PVD je technologický postup nanášení tenkých vrstev kondenzací par pevného materiálu na různých površích. Jedná se o fyzikální proces, který není doprovázený žádnou chemickou reakcí [4].

Podstatou fyzikální depozice je vypařování materiálu (vytvářejícího vrstvu) ve vakuu nebo rozprašování ve výboji udržovaném za nízkých tlaků. Proces nanášení vrstev fyzikálními způsoby v sobě zahrnuje [1]:

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

Nutnou podmínkou této metody je vytvoření vysokého vakua v pracovní komoře, aby se zajistila přeprava atomů do povrchu substrátu a vyloučily všechny jejich interakce s částicemi v plynné fázi. Proto se fyzikální způsoby tvorby tenkých vrstev také nazývají vakuové [1].

PVD technologie se zpravidla dělí podle převedení pevné fáze do plynné. Základní způsoby nanášení materiálu jsou [1]:

- a) *Napařování* - vysokoteplotní odpaření ve vakuu pomocí odporového ohřevu [4].
- b) *Naprašování* – deponovaný materiál je zapojen jako katoda a jeho povrch je bombardován ionty pracovního plynu. Atomy deponované látky jsou takto odprašovány z povrchu terče a vytvářejí povlak na substrátu. Jednou z nejčastěji používaných metod je magnetronové naprašování (kap. 3), kterým se bakalářská práce zabývá [4].

### 2.3. Srovnání používaných metod

V tabulce Tab. 2.1. jsou shrnuty rozdíly v používaných technologiích.

Tab. 2.1. Porovnání technologií CVD a PVD [4].

	<b>CVD</b>	<b>PVD</b>
<b>Tloušťka vrstvy</b>	5-10 $\mu\text{m}$	2-5 $\mu\text{m}$
<b>Teplota</b>	750-1050°C	150-500°C
<b>Tlak</b>	Velký rozsah tlaků 10 <sup>-6</sup> Pa až jednotky Pa	Velmi nízké tlaky Napařování 10 <sup>-3</sup> – 10 <sup>-8</sup> Pa Napařování 10 <sup>-2</sup> – 10 <sup>-5</sup> Pa
<b>Vlastnosti vrstev</b>	«+» Vynikající odolnost vrstev proti opotřebení  «-» Energetický a časově velmi náročná, prekursor jsou často jedy nebo ekologicky závadné plyny	«+» Depozice probíhají při nižších teplotách a připravené vrstvy mají menší vnitřní pnutí  «-» Horší adheze vrstev k substrátu a horší teplotní stabilita
<b>Škála materiálů</b>	Výběr substrátů je omezen vysokou teplotou procesu, výběr deponovaných materiálů je omezen rozsahem prvků majících sloučeniny v plynném skupenství	Umožňuje nanášet celou řadu materiálů – kovy, slitiny, směsi, polovodiče, supravodiče, polymery, širší je i výběr substrátů

### 3. Magnetronové naprašování

#### 3.1. Katodové odprašovací stejnosměrné systémy

Proces naprašování probíhá za pomoci výboje v plynu s tlakem v rozmezí od  $10^{-2}$  Pa do 1 Pa. Jako plyn se nejčastěji používá argon. Na katodu z výboje dopadají kladné ionty, které způsobí rozvibrování povrchových vrstev a část povrchových molekul tak získá dostatečnou energii k opouštění povrchu katody. Energie dopadajících iontů je v řádu několik set elektronvoltů. Energie částic, které opouští povrch katody a dopadají na substrát, je v řádu jednotek elektronvoltů. Zbytek energie se uvolní ve formě tepla.

Nevýhodou klasického naprašovacího systému je poměrně malá odprašovací rychlost. Existují omezené možnosti pro zvýšení rychlosti depozice a to jsou:

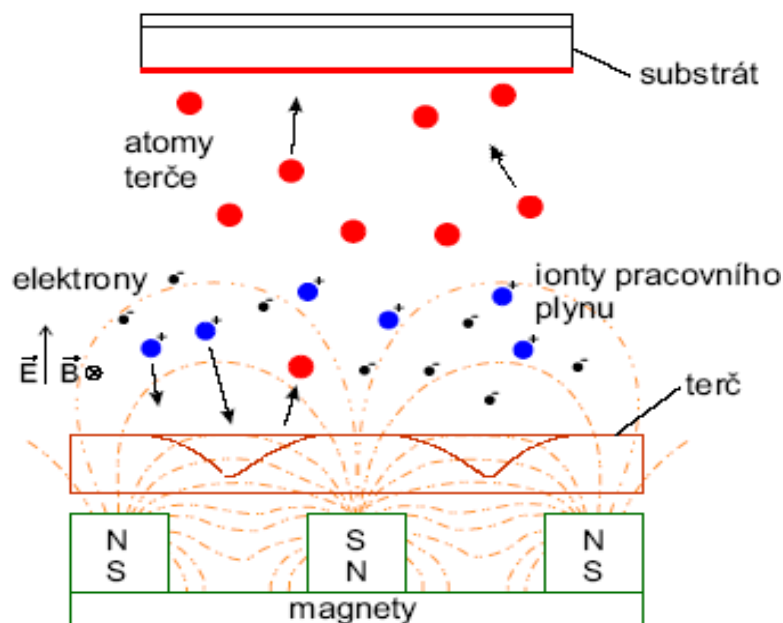
- a) Zvýšení tlaku – v důsledku zvětšení proudu výbojem se zvětší i množství iontů dopadajících na katodu. Odprašované částice se srážejí, tím se zmenšuje její střední volná dráha i energie, a některé z těchto částic se odchýlí ze své původní dráhy natolik, že na substrát vůbec nedopadnou. Srážky částic ovlivňují kvalitu naprašované vrstvy tím, že při snížené energii odprašovaných molekul dopadajících na podložku dochází k snížení adheze.
- b) Zvýšení napětí na elektrodách – dojde ke zvětšení proudu výbojem a energie iontů dopadajících na katodu. Při větších energiích a rychlostech dopadajících iontů se výrazně zmenšuje výtěžnost odprašování. Navíc dochází ke vzniku radiačních poruch.

Pro průmyslové účely je nutné zvýšit hustotu plazmatu ve výboji jiným způsobem. Jedním ze způsobu je zvýšení koncentrace elektronů ve výboji prostřednictvím pomocné žhavené katody (triodový systém). Druhým způsobem je prodloužení dráhy elektronů pomocí magnetického pole, důsledkem je zvýšení pravděpodobnosti ionizace (magnetronový systém) [8].

Magnetronové naprašování je jednou z mnoha nanášecích metod, ale díky svým vlastnostem umožňuje nanášení i takových vrstev, které jsou ostatními technologiemi nedosažitelné.

#### 3.2. Princip magnetronového naprašování

Metoda magnetronového naprašování je založena na rozprašování pevného terče, který je tady katodou, za pomoci iontů pracovního plynu extrapolovaných z plazmatu doutnavého výboje. Výboj je lokalizován pomocí magnetického pole v těsné blízkosti katody. Elektrony plazmatu se zachycují v "tunelu" siločar magnetického pole a driftují podél tunelu, tím se značně prodlouží jejich dráha, zvýší počet srážek a vytvoří hustá plazma. Kladné ionty dopadají z plazmatu na terč. Částice rozprašeného terče prochází plazmatem směrem k substrátu [3].



Obr. 3.1. Princip magnetronového naprašování [3].

Argon se ve výboji disociuje na záporný elektron a kladný iont, který je při záporném napětí na katodě urychlen směrem k ní, kde vyrazí část materiálu targetu. Tento materiál se rozpráší na podložku i po celé komoře. Přibližně 75% energie iontů  $Ar^+$  se při dopadu na target promění v teplo [9].

Formování elektronu a iontu:



Formování radikálů:

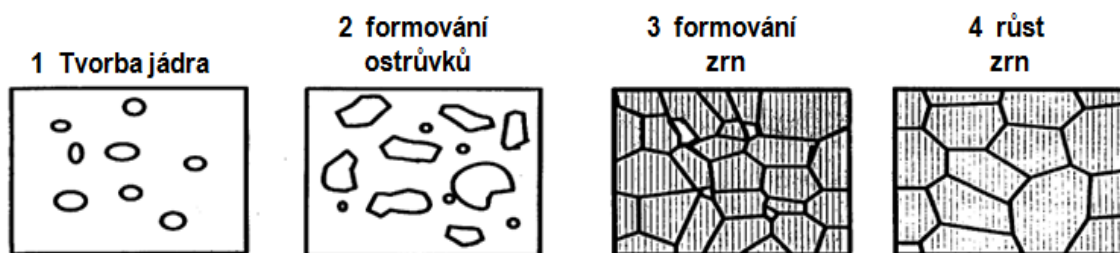


Formování světla a tepla



kde  $Ar^*$  je excitovaný stav argonu a  $h\nu$  je energie fotonu.

Naprašovaný materiál se po dopadu na podložku formuje do zrn. Tento proces se nazývá nukleace viz obr. 3.2. [9].



3.2. Etapy formování zrn při procesu naprašování [9].

Parametry procesu, které ovlivňují nukleaci [9]:

- Kvalita podložky, na kterou se deponuje tenká vrstva
- Mezní tlak – čistota komory
- Teplota depozice
- Rychlost depozice
- Teploty následujících procesů

Vlastnosti výsledné vrstvy ovlivněné nukleací [9]:

- Měrný odpor
- Elektromigrační odolnost
- Pnutí vrstvy

Systém pro magnetronové naprašování se skládá z jednoduché vakuové komory, která je čerpána na vysoké vakuum. Uvnitř komory je usazen terč zvoleného složení a umístěn držák substrátu (samotný povlakovaný povrch). Konkrétní geometrie rozložení komory se u jednotlivých zařízení může výrazně lišit. Samotný terč je zapojen jako katoda a na něj se přivádí napětí. Do komory se připouští pracovní plyn, nejčastěji argon. Před terčem se po přivedení napětí zapálí v plynu doutnavý výboj (plazma). Výboj se projeví jako zdroj světla. Plynové ionty bombardují povrch terče, materiál se rozprašuje a je deponován na substrát. Pod materiálem terče je umístěn silný magnet, který je chlazený vodou. Přítomnost magnetického pole zlepšuje ionizaci plynu v plazmatu a důsledkem je zlepšení rozprašování [21].

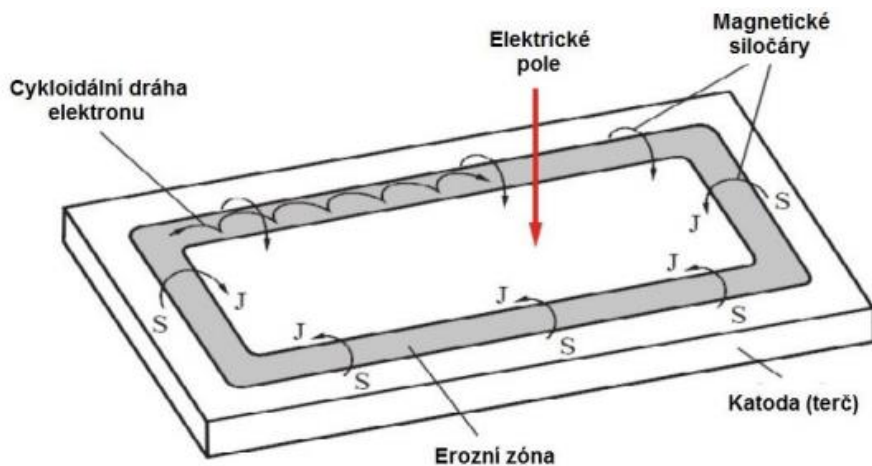
V magnetronovém naprašování lze magnetickým polem soustředit pohyb elektronů na určitou oblast, ve které bude docházet k největší ionizaci a tím k silnému rozprašování terče [1].

Výhody: vysoká rychlost depozice, vysoká hustota plazmatu, prodloužená dráha elektronů v blízkosti terče. Díky tomu lze udržet výboj při nižším tlaku i při nižším napětí. Výsledkem je větší čistota naprášených vrstev [8]. Magnetronové naprašování umožňuje nanášet i materiály z těžkotavitelných látek [5].

Nevýhody se projevují, pokud je terč z feromagnetického materiálu, pak musí být velmi tenký a bez dutin, aby byl materiál magnetickým polem nasycen a nedocházelo k natavení, či praskání v okolí dutin [5].

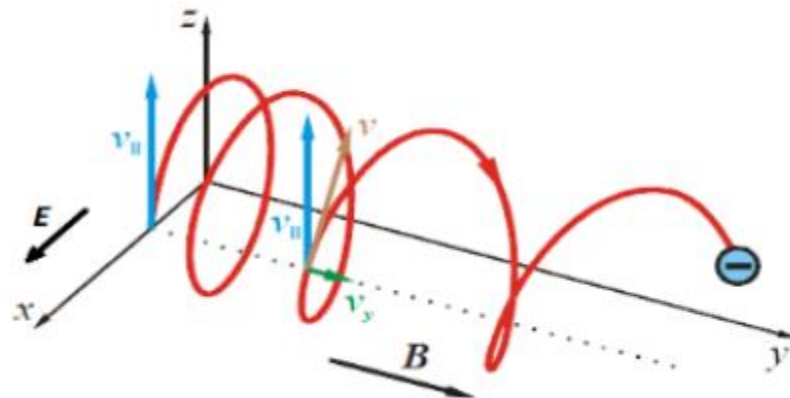
### 3.3. Působení magnetického a elektrického pole na elektrony

Jak bylo uvedeno v kap. 3.1., rychlost depozice je možné zvýšit prodloužením dráhy elektronů pomocí magnetického pole. Toho se docílí umístěním permanentního magnetu nebo elektromagnetu za katodu – takové zařízení se nazývá magnetron. Elektrony se v důsledku Lorentzovy síly pohybují po šroubovici podél siločáry (Obr. 3.3.) [10]. Tím se výrazně prodlužuje jejich dráha v blízkosti terče, prodlužuje se i doba jejich setrvání v oblasti výboje a zvyšuje se pravděpodobnost ionizace dalších atomů pracovního plynu. To umožňuje udržet výboj při nižším tlaku i při nižším napětí. Zejména nižší tlak se pozitivně projevuje ve větší čistotě vytvářených vrstev [11].



3.3. Schematické znázornění elektrického a magnetického pole pro magnetronové naprašování [10].

V oblasti působení magnetického pole dochází k intenzivnímu odprašování terče, které je největší v případě, že magnetické pole je kolmé k poli elektrickému (viz obr. 3.4.).



3.4. Trajektorie elektronu pohybujícího v elektrickém a magnetickém pole [10].

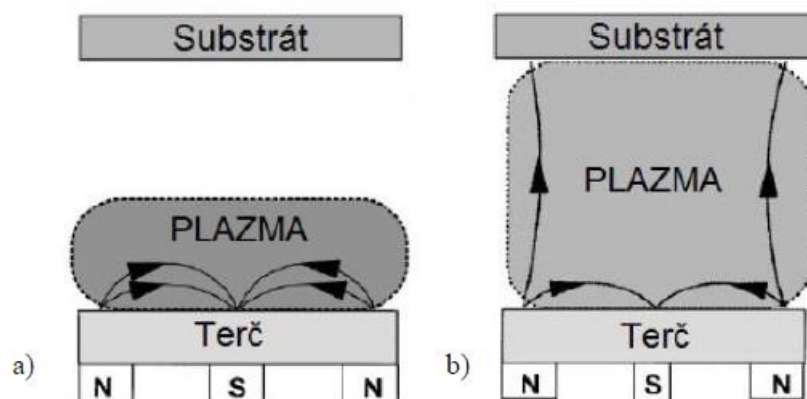
Takovým způsobem na elektron působí Lorentzova a Coulombovy síly a dohromady platí:

$$\vec{F} = -e(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}) = m_e \frac{d\vec{v}}{dt} \quad (5),$$

kde  $\vec{F}$  - vektor síly,  $e$  - elementární náboj,  $\vec{E}$  - vektor intenzity elektrického pole,  $\vec{v}$  - rychlost,  $\vec{B}$  - vektor magnetické indukce,  $m_e$  - hmotnost elektronu.

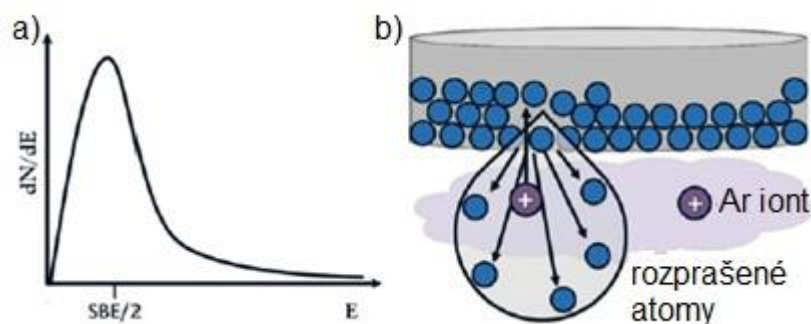
Pomocí vhodného uspořádání magnetů lze vymezit zóny (viz obr. 3.3.), kde je největší ionizace v důsledku největší hustoty elektronů [10].

Magnetrony se dělí podle síly vnitřního a vnějšího magnetu na vyvážené a nevyvážené. Rozdíl u těchto dvou skupin je v tom, že u vyváženého magnetronu je oblast hustého plazmatu silně vázaná k terči (viz obr. 3.5.a), naproti tomu u nevyváženého magnetu se plazma může rozptýlit k substrátu (obr. 3.5.b) [10].



3.5. Rozložení plazmatu u a) vyváženého magnetronu b) nevyváženého magnetronu [10].

Energie atomů, které se uvolňují z povrchu targetu, se rovná polovině povrchové vazebné energie - v zahraniční literatuře často uváděné jako Surface Binding Energy - SBE (obr. 3.6.a). SBE je definována jako potřebná energie pro uvolnění atomu z povrchu targetu do vakua během rozprašovacího procesu. Tyto atomy pak procházejí komorou a kondenzují na podložce (stejně jako i na stěnách komory), kde tvoří tenkou vrstvu materiálu [12].

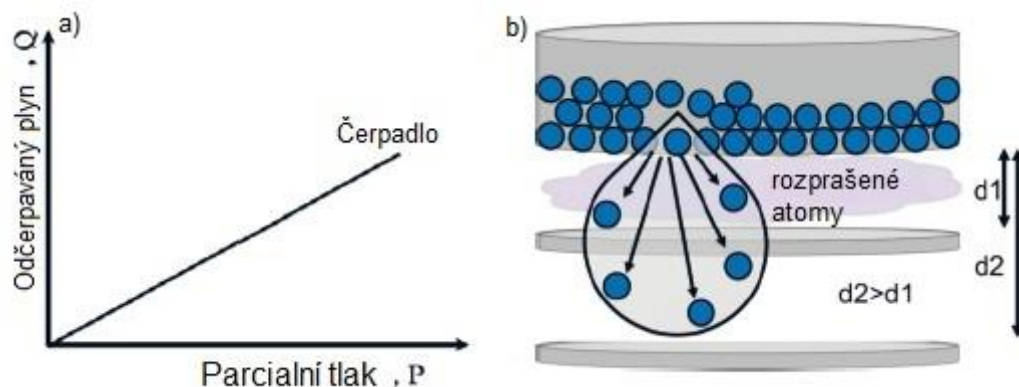


Obr. 3.6. a) Potřebná energie k rozprašování atomů z targetu; b) Způsob odprašení materiálů při dopadu excitovaného argonu [12].

V rámci magnetronového naprašování je nutné brát v potaz několik závislostí, které dokáží charakterizovat proces vytváření tenkých vrstev. Jednou z nich je vztah mezi čerpáním vzduchu (vakuové vývěvy) a rychlosti čerpání. Od použitého čerpadla se odvíjí rychlost vyčerpání pracovní komory a možnosti vyčerpání komory od přebytečných plynů před započítáním procesu naprašování. Plyn, který je odčerpáván z pracovní komory za jednotku

času ( $Q$ ), má zpravidla lineární závislost na čerpací rychlosti ( $S$ ) a na výsledném parciálním tlaku ( $P$ ) viz. rovnice (5) a obr. 3.6. a).

$$Q = P \times S \quad (5)$$



Obr. 3.7. a) Závislost odčerpávání přebytečného plynu na jeho tlaku; b) Umístění podložky a rozptýl částic při rozdílném umístění substrátu [12].

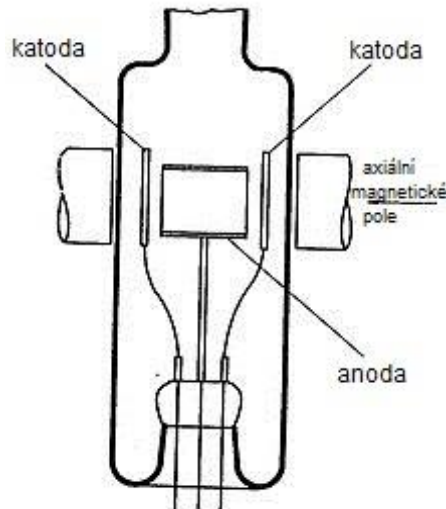
Rychlost depozice a její směr přímo souvisí se vzdáleností substrátu od targetu a tlaku, při kterém proces depozice probíhá. Vztah mezi umístěním substrátu a tlakem, přímo určuje množství energie, která se ztrácí při naprašování částic, když překonávají vzdálenost od targetu do substrátu. Na obrázku 3.7. b) bude mít substrát, který se nachází ve vzdálenosti  $d_2$ , nižší depoziční rychlost v důsledku většího rozptylu deponovaných částic [12].

### 3.4. Iontové zdroje

Pod pojmem iontový zdroj se rozumí zařízení, které je využíváno k tvorbě iontů. Existuje velké množství iontových zdrojů, které jsou založené na různých konstrukcích a kde jsou použité odlišné principy jejich funkce. Mnohé iontové zdroje se používají i ve vesmírných zařízeních, v atomové a jaderné fyzice [14]. Následující kapitoly se budou zabývat nejčastěji využívanými zdroji u magnetronového naprašování:

#### 3.4.1. Penningův zdroj iontů

Tento zdroj patří do skupiny zdrojů se studenou katodou. Na obrázku 3.8. je znázornění uspořádání Penningova zdroje iontů. Mezi anodou a katodou hoří elektrický výboj. V mezielektrodovém prostoru jsou urychlovány elektrony, které působením ionizují molekuly pracovního plynu. Tento systém je umístěn v magnetickém poli kolmém k poli elektrickému. V důsledku působení magnetického pole se prodlouží dráha elektronů, elektrony jsou tak nuceny k cirkulaci a zvýší se tím pravděpodobnost ionizace pracovního plynu. Vzniklé ionty bombardují povrch katody a vyrážejí tak další elektrony [15, 8].



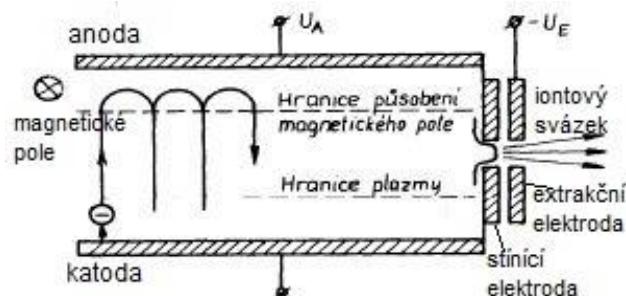
Obr. 3.8. Penningův zdroj iontů[16].

Výhody: jednoduchá konstrukce, vysoká životnost, prodloužení dráhy elektronů vede ke zvýšení pravděpodobnosti ionizace.

Nevýhody: při vysokých napětích a proudech dochází k odprášení katody, což znečišťuje iontový svazek. Také změna anodového napětí ovlivňuje proud iontů a jejich energie.

### 3.4.2. Kaufmanův zdroj iontů

Tento zdroj se řadí do skupiny iontových zdrojů se žhavenou katodou, čímž se získá co nejnižší tlak v pracovní komoře. V důsledku termoemise ze žhavené katody se elektrony dostávají do výboje. Zvýšení pravděpodobnosti ionizace v tomto případě také zajišťuje magnetické pole. Elektrony jsou urychlené na kratší dráze mezi katodou a hranici plazmy, která má potenciál anody (viz obr. 3.9). Ionty se pohybují difúzí k hranici plazmatu a extrahují elektrickým polem [8, 15, 17]. Extrakce probíhá za pomoci elektrodového systému, který v sobě zahrnuje stínící elektrodu a extrakční elektrodu. Stínící elektroda brání bombardování a nechtěnému odprašování extrakční elektrody. Extrakční elektroda urychluje extraktované ionty stínící elektrodou a urychluje je [8, 15, 17].



Obr. 3.9. Kaufmanův zdroj iontů [15].

Výhody: nízký tlak v pracovní komoře, velký stupeň ionizace pracovního plynu, nízké napětí výboje, minimální odprášení katody, zvýšená pravděpodobnost ionizace.

Nevýhody: krátká životnost katody, možnosti znečištění iontového svazku.

Existují i další používané zdroje iontů, jakými například jsou

- magnetronový zdroj – pro zvýšení pravděpodobnosti ionizace využívá způsob magnetronového řízení pohybu elektronů. Tento zdroj patří k nejvýkonnějším iontovým zdrojům,
- Freemanův zdroj – vysokoproudový zdroj se širokým svazkem. Vyznačuje se kolmou extrakcí iontů k ose plazmy.

Všechny výše popsané zdroje slouží k vytváření plazmatu v magnetronovém naprašovacím zařízení.

### 3.5. Základy plazmatu

Plazma je shromáždění nabitých a neutrálních částic, které se nacházejí v různých kvantových stavech. Prostorový náboj tohoto shluku je přibližně roven nule, tj. kvazineutrální. Plazma se nachází v různých formách. V rámci této bakalářské práce bude popsána plazma v oblasti doutnavého výboje. Tato oblast je definovaná tlakem od 0,67 Pa do 67 Pa (5-500 mTorr) a počtem částic  $10^{14}$  až  $10^{16}$  částic/m<sup>3</sup> [9, 18].

Důležité parametry, týkající se plazmatu [9, 18,19]:

- Hustota neutrálních částic:

$$n_n = \frac{p}{kT} \quad (6),$$

kde  $p$  – je tlak,  $k$  – je Boltzmannova konstanta,  $T$  – teplota.

- Stupeň ionizace:

$$\text{Stupeň ionizace } x = \frac{\text{množství pozitivních iontů}}{\text{suma všech atomů (molekul)}} \quad (7).$$

Stupeň ionizace se dělí podle hodnoty na slabě ionizovanou plazmu ( $x \ll 1$ ) a silně ionizovanou plazmu ( $x \approx 1$ ). K první skupině patří většina technických aplikací, ke druhé – slunce, nukleární fúze, blesk [9].

- Teplota plazmatu – vyjádřená kinetickou energií elektronů

$$E_e = \frac{1}{2} m v_e^2 = \frac{3}{2} kT \quad (8),$$

kde  $E_e$  – je energie elektronu (střední hodnota energie jedné částice),  $v_e$  – je hodnota střední kvadratické rychlosti elektronů [9].

## 4. Magnetronové naprašovací zařízení NP12

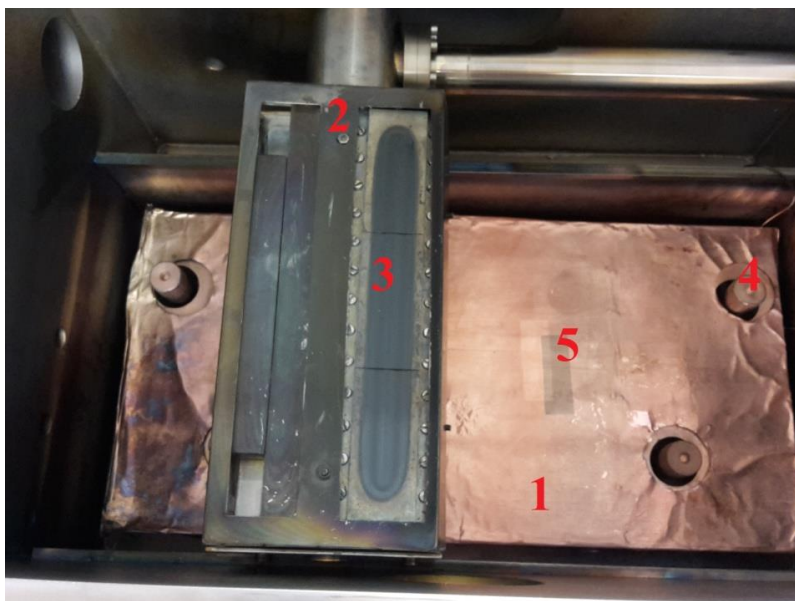
### 4.1. Použití a parametry

Pro vytváření vzorků bylo použité vakuové magnetronové naprašovací zařízení s označením NP 12 (viz obr. 4.1.), které je vyráběné na zakázku firmou KWS s.r.o. Toto naprašovací zařízení je určeno k vytváření tenkých vrstev na různých typech substrátů a to magnetronovým nebo reaktivním naprašováním [6]. Zařízení se dělí na pracovní komoru (obr. 4.1.a) a ovládací část (obr. 4.1.b).



Obr. 4.1. Naprašovací zařízení NP 12: a) pracovní komora; b) ovládací panel [6].

Pracovní komora představuje kvadratický systém s otevíracím víkem a kulatým okýnkem, které umožňuje pozorovat proces depozice. Uvnitř komory se nachází pracovní stůl, na který je pokládán substrát. Nad stolem je umístěná hlavice s magnetrony, která obsahuje targety z požadovaných materiálů a kterou je možné posouvat pomocí tlačítek na panelu zařízení. K dosažení vysokého vakua uvnitř komory je použita rotační a turbomolekulární vývěva.



Obr. 4.2. Zobrazení komory uvnitř zařízení: 1 – stolek; 2 – magnetronová hlavice; 3 – targety; 4 – QCM; 5 – skleněný substrát.

Během procesu vytváření tenké vrstvy je možné sledovat rychlost růstu vrstvy a její tloušťku za pomoci QCM měřičů umístěných uvnitř komory (viz obr. 4.2.–5). QCM využívá metodu kmitajícího křemenného krystalu, která je založená na změně frekvence krystalem řízeného oscilátoru v důsledku přírůstku hmotnosti krystalu [13].

Ovládací panel je umístěn vpravo od pracovní komory (viz obr. 4.1.) a je vybaven displejem s dotykovou obrazovkou a ovládacími tlačítky pod displejem. Programové vybavení celého zařízení zajišťuje plně automatický provoz s možností ukládání všech parametrů procesu.

Parametry magnetronového naprašovacího zařízení NP 12 [6]:

- 3 vakuové průchodky na každé straně zařízení
- turbo-molekulární vývěva, rotačního vývěva
- 4 QCM krystaly pro nastavení a řízení tloušťky vrstvy
- velikost povlakovaného substrátu může být až 250x450 mm
- 3 targety umístěné nad substrátem na pohyblivém systému
- možnost definovaného připouštění 3 plynů (vč. pracovního Ar)
- možnost ohřevu substrátu až do teploty 320 °C
- možnost plazmatického čištění substrátu
- targety k dispozici: Al, Ti, ITO, Cu, Sn
- řídicí systém – nastavení všech parametrů depozice (tloušťka, rychlost posuvu, nastavení plazmatického výboje), uložení parametrů do paměti.

## 4.2. Ovládání a uvedení zařízení do provozu při naprašování vzorku

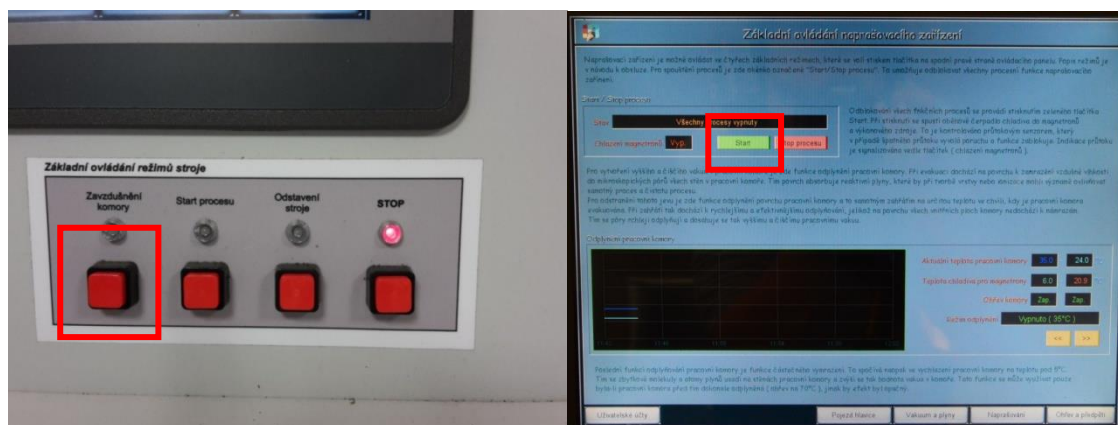
Následující text by měl sloužit jako jednoduchý návod k uvedení magnetronového naprašovacího zařízení NP 12 do provozu tak, aby bylo možné vytvořit pokusné vzorky.

Před uvedením zařízení do chodu je k němu nutné přivést a zapojit patřičné plyny. Jako pracovní plyn je využíván argon viz obr. 4.3. a). Přisun argonu je nutné zajistit ovládacím ventilem umístěným v laboratoři u naprašovacího zařízení viz obr. 4.3. b).



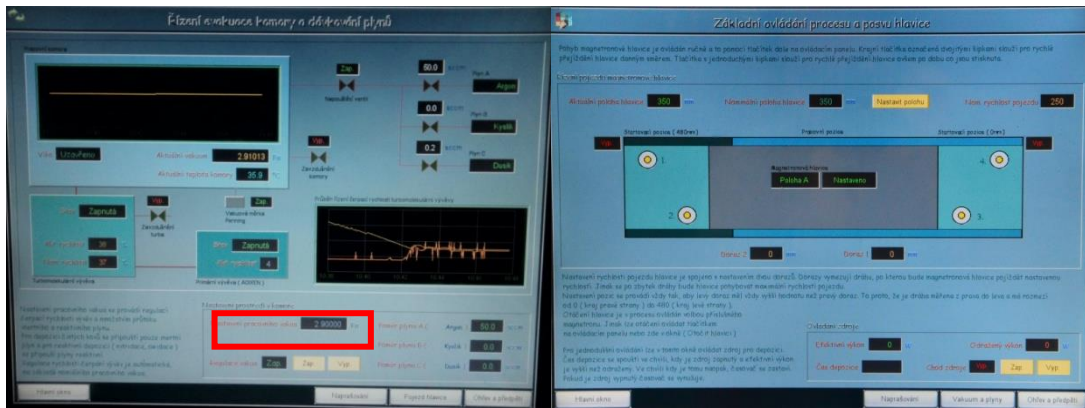
Obr. 4.3. a) Argonová láhev; b) Ovládací ventily plynů připojených k naprašovacímu zařízení.

K tomu, aby bylo možné vložit vzorek do komory je nutné komoru zavzdušnit. To se provede tlačítkem „Zavzdušnění komory“ viz obr. 4.4. Po uložení vzorku do komory se tlačítkem „Start“ (Obr. 4.4.) spustí vakuování komory. Nastavení potřebných parametrů pro naprašování je možné až po spuštění tlačítka start na displeji (obr. 4.4.). Tato záložka slouží k odblokování všech funkčních procesů.



Obr. 4.4. Základní ovládání režimů zařízení.

Pro zapálení výboje je nutné nastavit pracovní vakuum připouštěním plynu argonu. Tento krok se nastaví v záložce „Vakuum a plyn“ viz obr. 4.5. a). Po nastavení je nutné spustit „Regulaci vakuu“.

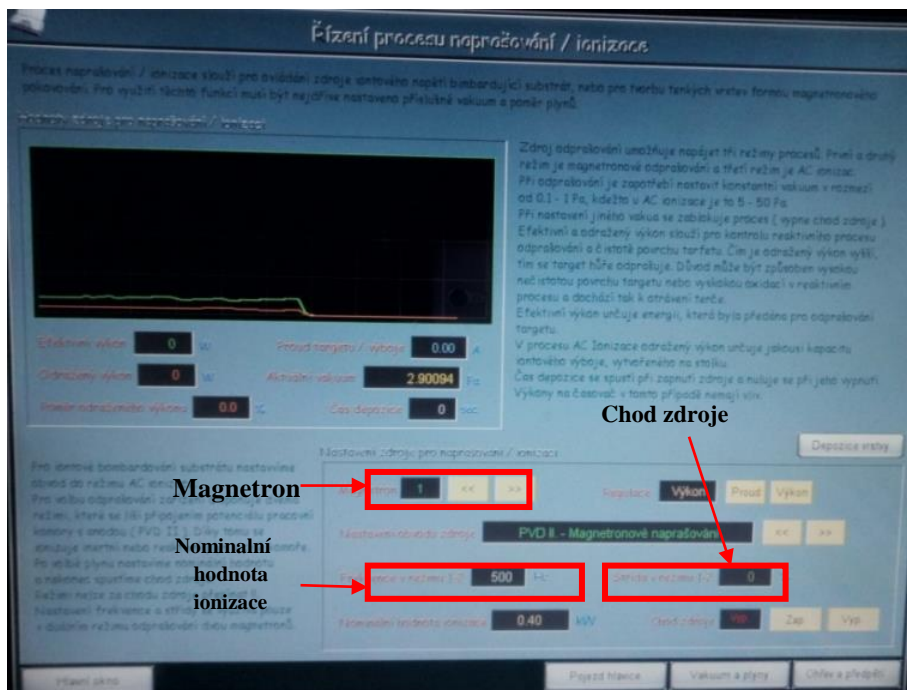


Obr. 4.5. a) Záložka "Vakuum a plyn"; b) nastavení pojezdu hlavice.

Dále se přejde na další záložku „Pojezd hlavice“. Zde se nastavuje poloha magnetronové hlavice a to pomocí tlačítek na ovládacím panelu (obr. 4.5. b).

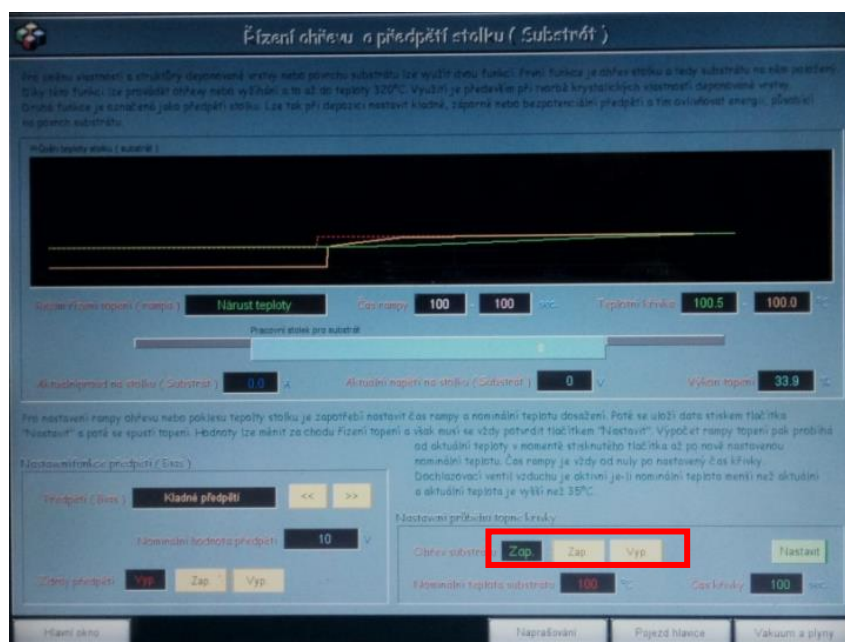
Na záložce „Naprašování“ (viz obr. 4.6.) se zvolí magnetron a nastaví se nominální hodnota ionizace. Následně se zapne chod zdroje.

Jsou – li správně nastaveny procesní parametry, mělo by v této chvíli dojít k zapálení výboje a bombardování targetu ionizovanými atomy inertního plynu argonu. Rozprašovaný materiál se poté deponuje na (i vně) substrát uložený v komoře. Rychlost naprašování, tloušťku nanášené vrstvy je možné sledovat buď na externě připojeném QCM metru, nebo rozkliknutím možnosti „Depozice vrstvy“ na záložce „Naprašování“.



Obr. 4.6. Řízení procesu naprašování/ ionizace.

Jak bylo uvedeno v popisu naprašovacího zařízení, je možné využít i funkci ohřevu stolku. Tato funkce se zapíná v záložce „Řízení ohřevu a předpětí stolku“ (viz obr. 4.7.) a umožňuje deponovat materiál při různých teplotách substrátu. Teplota ovlivňuje zejména nukleaci zrn, viz kap. 6.1.1. práce.

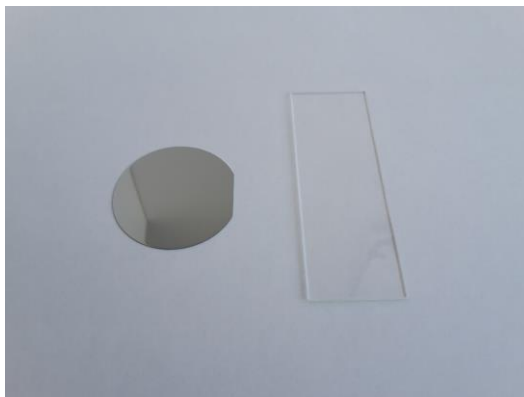


Obr. 4.7. Řízení a předpětí stolku.

Až proces naprašování skončí, přejde se do záložky „Vakuum a plyny“, kde se vypne regulace vakua. V záložce „Hlavní okno“ se zvolí „Stop procesu“ a na ovládacím panelu se zmáčkne tlačítko „Zavzdušnění komory“. Po dosažení atmosférického tlaku je možné otevřít víko pracovní komory a vyjmout naprášené vzorky. V konečné fázi se přístroj opět vyvakuuje a vypne hlavním vypínačem.

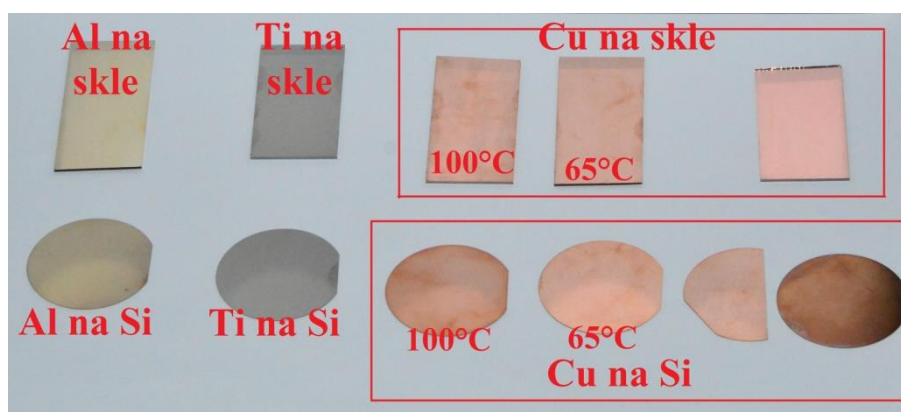
## 5. Příprava vzorku mědi, hliníku a titanu naprašováním

Jako podkladový materiál byl zvolen křemíkový a skleněný substrát, viz obr. 5.1. Křemíkový z důvodu předpokládaného jednoprvkového složení vzhledem k zjišťování čistoty naprašených vrstev a skleněný z důvodu zjišťování tloušťky pomocí SEM měření z profilu.



Obr. 5.1. Podkladový materiál pro naprašování mědi, hliníku a titanu. Vlevo křemíková destička, vpravo skleněný substrát

Celkem bylo na magnetronovém naprašovacím zařízení NP 12 naprašeno deset vzorků – měď (Cu), hliník (Al) a titan (Ti) na skleněném a křemíkovém substrátu. U naprašování měděných vrstev byla měněna pracovní teplota komory z 35 °C na 65 °C a posléze 100 °C a to z důvodu pozorování vlivu teploty na nukleaci zrn mědi. Vytvořené vzorky jsou uvedeny na obr. 5.2.



Obr. 5.2. Vytvořené vzorky Al, Ti a Cu na skle a křemíkovém substrátu.

Před vložením do pracovní komory byly substráty vyčištěny. V případě křemíkového substrátu došlo k očištění povrchu isopropylalkoholem, skleněný substrát byl nejprve odmaštěn vodou s jarem a poté isopropylalkoholem. V konečné fázi byly substráty usušeny proudem vzduchu. Pro minimalizaci rizika znečištění substrátu a poté i naprašených vzorků, s nimi bylo manipulováno v ochranných rukavicích.

## 5.1. Příprava mědi na křemíkovém a skleněném substrátu.

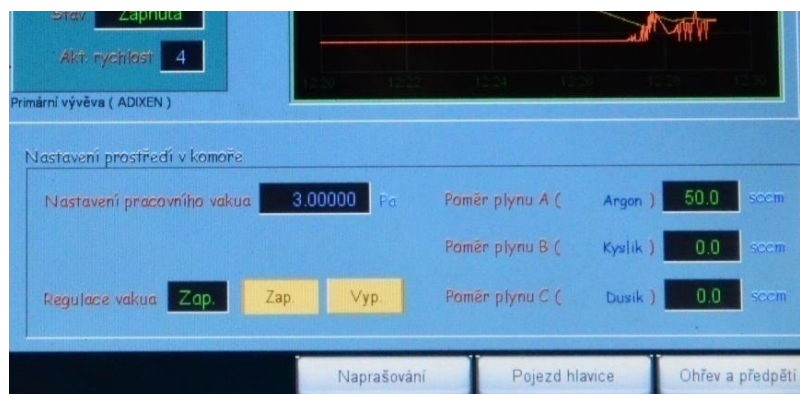
Nejdříve došlo k naprašování mědi na křemíkový (Si) a skleněný substrát.

Před zahájením procesu naprašování byla komora vyvakuovaná na hodnotu od 0,00328 Pa do 0,00367 Pa. Teplota komory bez zapnutého předehřevu pracovního stolku byla 35 °C. V záložce „Vakuum a plyny“ byla poté nastavena hodnota připouštění plynu argonu na 50 sccm.

Po tomto kroku byla nastavována regulace pracovního vakua na hodnoty od 0,5 Pa do 3 Pa v intervalech po 0,5 Pa. Po zapnutí chodu zdroje v procesu naprašování se při 0,5 až 2 Pa nepodařilo vytvořit plazmu. Po zvýšení regulace vakua na 3 Pa se do komory připustilo více molekul plynu a došlo k zapálení výboje (Obr. 5.3.).

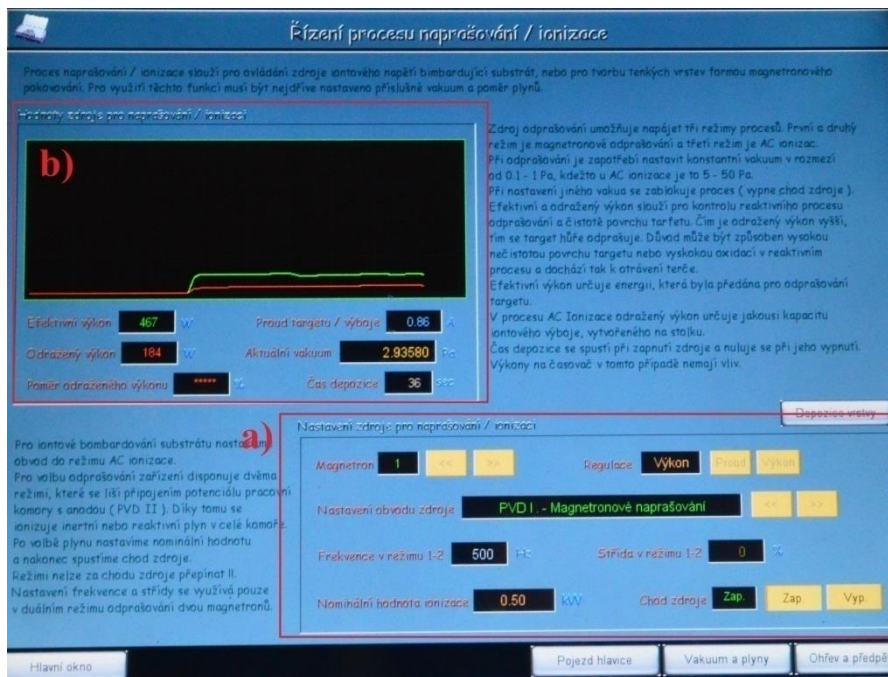
Na záložce „Napařování“ byl nastavován výkon zdroje nominální hodnoty ionizace v rozmezí od 0,3 kW do 1 kW. Výboj se podařilo zapálit při 0,4 kW (Obr. 5.4. a) – zelená křivka) v režimu PVD I. – režim pro napařování čistého kovu. Režim PVD I. využívá elektrického zapojení, kdy se do magnetronu přivádí záporný potenciál (katoda) a na stolek (anodu) potenciál kladný.

K zapálení výboje u zařízení NP 12 je tedy k napařování mědi nutná hodnota pracovního vakua alespoň  $p = 3 \text{ Pa}$  a výkon zdroje  $P = 0,4 \text{ kW}$ .



Obr. 5.3. Nastavení pracovního prostředí v komoře při napařování mědi.

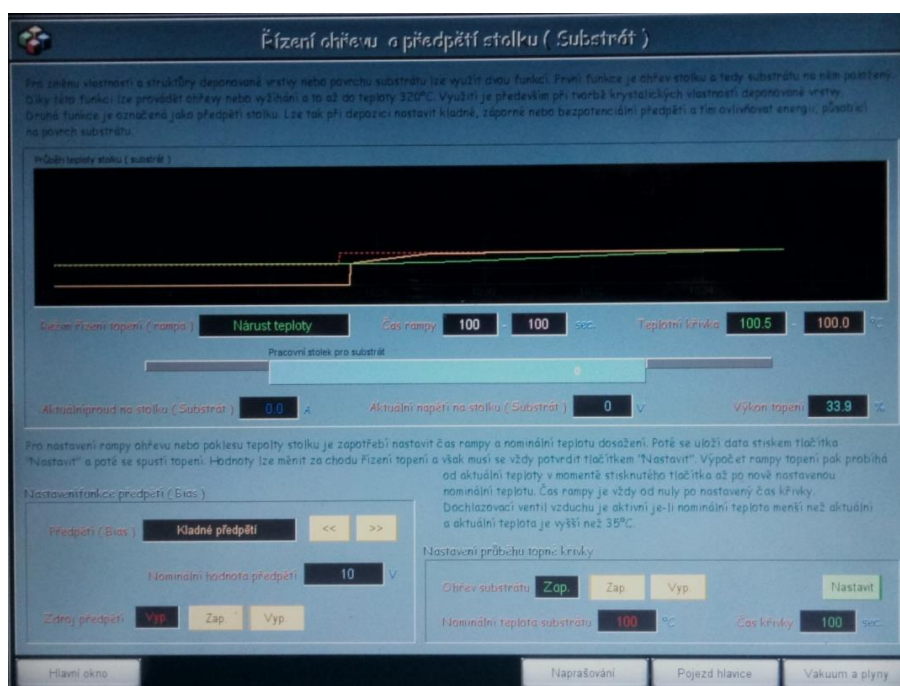
Na obrázku 5.4. b) je závislost efektivního a odraženého výkonu na čase. Efektivní výkon určuje energii, která byla předána pro odprašování targetu. Efektivní a odražený výkon slouží pro kontrolu reaktivního procesu odprašování a čistoty povrchu targetu. Čím je odražený výkon vyšší, tím se target hůře odprašuje.



Obr. 5.4. a) Nastavení zdroje pro naprašování mědi; b) Hodnoty zdroje pro naprašování.

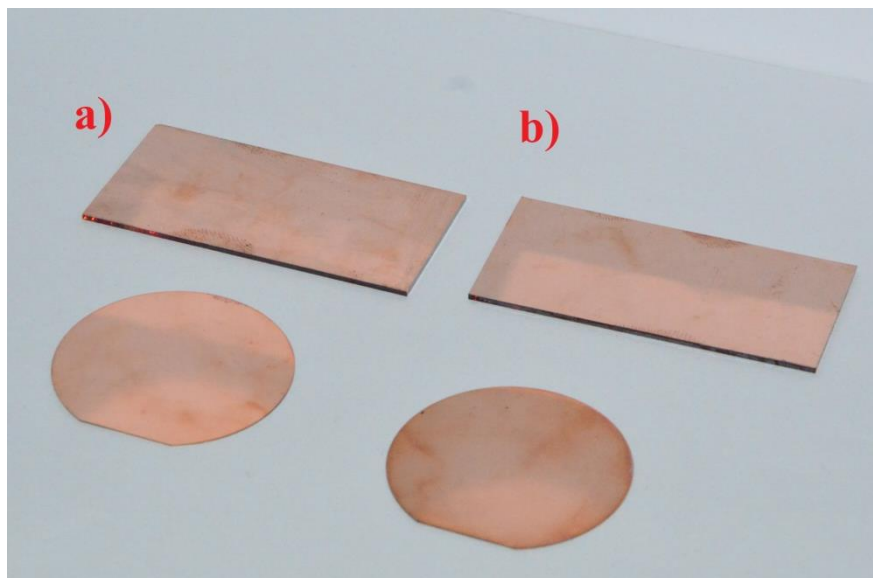
### 5.1.1. Naprašení mědi na křemíkový a skleněný substrát při zvýšené teplotě pracovní komory

Pro nastavení předehřevu substrátu v záložce „Ohřev a předpětí“ (viz obr. 5.5.) byla nastavena teplota 65°C a 100°C. Hodnota aktuálního vakua v komoře byla nastavená pro obě teploty 2,9 Pa a výkon 0,4 kW.



Obr. 5.5. Řízení ohřevu a předpětí stolku.

Na obrázku 5.6. jsou výsledné vzorky s naprašenou měděnou vrstvou při zvýšené teplotě – a) 65°C a b) 100°C. Na první pohled žádný rozdíl mezi vzorky naprašenými při standardní teplotě pracovní komory (mezi 30 – 35 °C) není. Rozdíl je patrný až při analýze vzorků pomocí AFM měření, viz kap. 6.1.1., kde teplota výrazně ovlivňuje nukleaci vrstev.



Obr. 5.6. Vytvořené vrstvy mědi na skle a křemíkovém substrátu při teplotě: a) 65°C; b) 100°C.

## 5.2. Příprava hliníku na křemíkovém a skleněném substrátu.

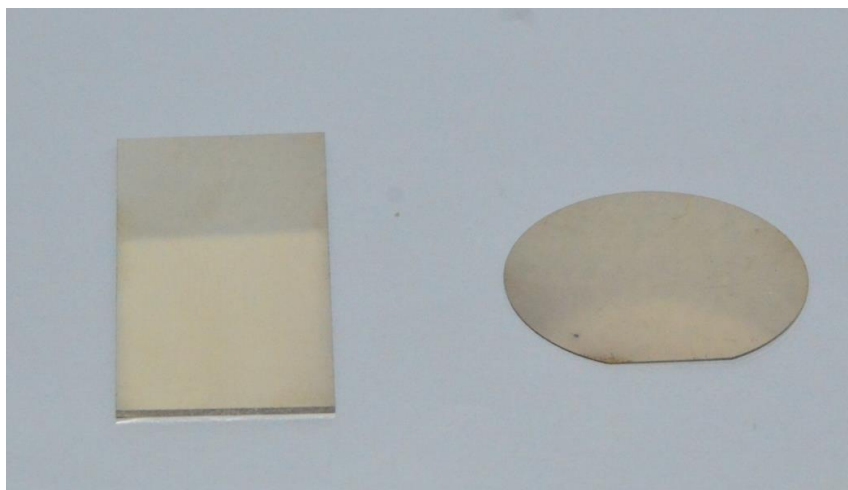
Další série vzorků se zabývala způsobem naprašení hliníku na křemíkový a skleněný substrát. Naprašené vzorky jsou zobrazeny na obr. 5.7.

Před procesem naprašování hliníku byla pracovní komora vyvakuována na hodnotu 0,00449 Pa. Poté byla v záložce „Vakuum a plyny“ nastavena hodnota připouštění plynu argonu na 50 sccm.

Při depozici hliníku byla nastavována hodnota pracovního vakua od 0,5 Pa do 4,2 Pa, nejdříve s krokem 0,5 Pa, nad hranici 4 Pa poté s krokem 0,2 Pa. Plazmu se podařilo vytvořit při hodnotě aktuálního vakua 4,2 Pa.

Výkon zdroje nominální hodnoty ionizace byl nastavován od hodnoty 0,2 kW až po hodnotu 1 kW vždy po 0,2 kW. Výboj se podařilo zapálit při hodnotě zdroje 0,8 kW.

Výstupem pokusů je zjištění, že zařízení NP 12 umožňuje naprašovat hliník při hodnotě pracovního vakua  $p = 4,2 \text{ Pa}$  a výkonu zdroje  $P = 0,8 \text{ kW}$ .



Obr. 5.7. Výsledné vzorky naprášeného hliníku na skleněném substrátu (vlevo) a křemíkovém substrátu (vpravo).

### 5.3. Příprava titanu na křemíkovém a skleněném substrátu.

Jako poslední vzorky byly připraveny substráty s naprášeným titanem viz. obr. 5.8.

Hodnota aktuálního vakua v komoře byla před procesem naprašování 0,00424 Pa. Množství připouštění inertního plynu argonu byla nastavena jako v předchozích případech na hodnotu 50 sccm.

Pracovní vakuum bylo tentokrát krokováno po 0,4 Pa od počáteční hodnoty 1,8 Pa. Plazma se zapálila při hodnotě 4,2 Pa.

Hodnota výkonu zdroje byla zvyšována od 0,4 kW po 0,1 kW. Již při 0,5 kW se podařilo výboj zapálit a začal proces naprašování.

Titan je možné u magnetonového naprašovacího zařízení deponovat při parametrech pracovního vakua  $p = 4,2 \text{ Pa}$  a výkonu zdroje  $P = 0,5 \text{ kW}$ .



Obr. 5.8. Výsledné vzorky naprášeného titanu na skleněném substrátu (vlevo) a křemíkovém substrátu (vpravo).

#### 5.4. Shrnutí parametrů potřebných k naprašení vzorků u magnetronového naprašovacího zařízení NP 12

K depozici mědi, hliníku a titanu magnetronovým naprašovacím zařízením NP12 jsou potřebné odlišné parametry procesů z důvodu jiných vazebných energií odprašovaných prvků, oxidace targetů ovlivňujících zapálení výboje.

Souhrn získaných poznatků pro optimální nanesení tenkých kovových vrstev je uveden v Tab. 5.1.

Tab. 5.1. Nastavené parametry pro depozice jednotlivých vrstev.

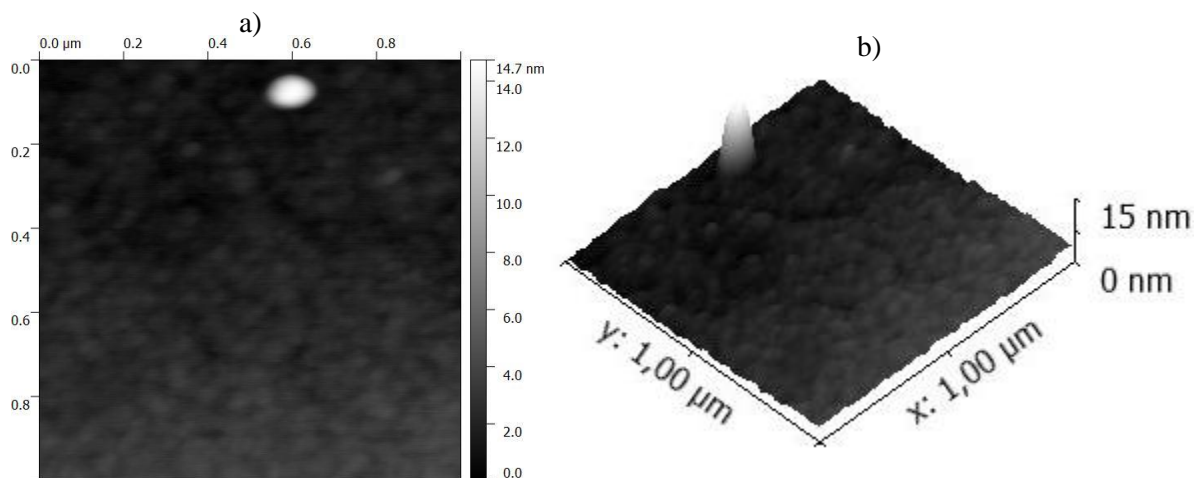
Vrstva	Aktuální vakuum před naprašením	Aktuální vakuum během depozice	Nominální hodnota ionizace	Nominální teplota pracovní komory	Proud targetu	Výsledná tloušťka vrstvy – měřeno QCM
	$p_{pred}$ [Pa]	$p$ [Pa]	$P$ [kW]	$v$ [°C]	$I$ [A]	$h$ [nm]
Měď Cu	0,00348	3	0,4	35	-	80
Hliník Al	0,00449	4,2	0,8	35	1,41	100
Titan Ti	0,00424	4,2	0,5	35	0,84	70
Měď Cu	0,00328	2,9	0,4	65	0,73	100
Měď Cu	0,00367	2,9	0,4	100	0,76	102

## 6. Vyhodnocení naprášených vzorků

### 6.1. Analýza substrátu prostřednictvím AFM mikroskopu

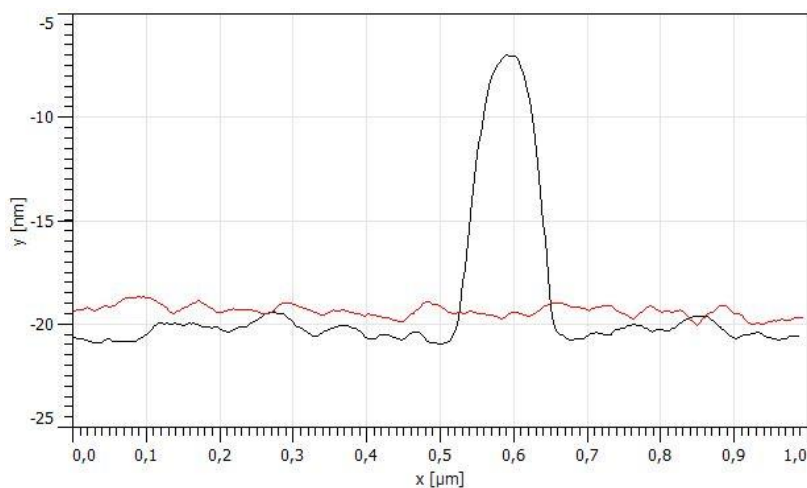
Mikroskopie atomárních sil, zkráceně AFM z anglického názvu Atomic Force Microscopy, umožňuje zobrazovat zkoumaný povrch atomárním rozlišením pomocí mechanického pohybu sondy na povrchu materiálu [20]. V práci byla tato metoda použita k analýze naprášeného povrchu z hlediska kvality deponovaných vrstev, zejména jejich rovinnosti.

Nutno podotknout, že nanosená tenká vrstva je ovlivněna topografií původního povrchu křemíkového substrátu, proto byla nejdříve udělaná analýza AFM podkladového substrátu – křemíku (viz obr. 6.1.). Z obrázků je patrné, že zkoumaný povrch je pro posouzení naprášených kovů dostatečně rovinný – má jenom jednu ostrou špičku.



Obr. 6.1. a) 2D snímek křemíkového podkladu; b) topografie povrchu křemíku (Gwyddion)

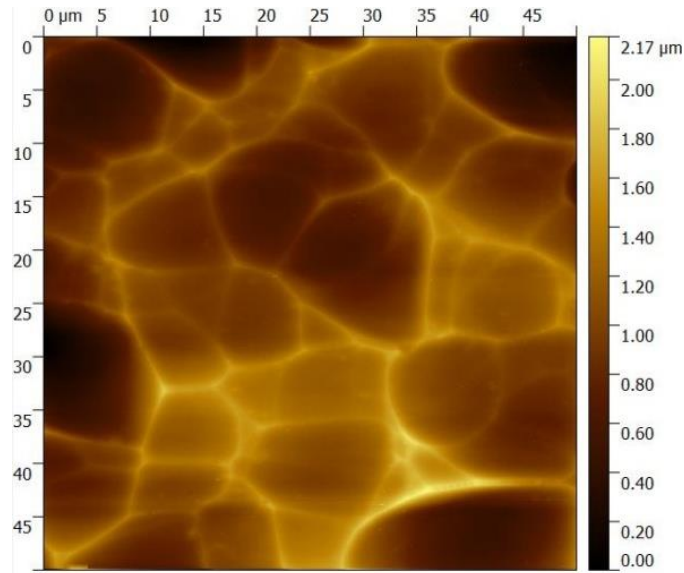
Pro vyhodnocení nerovnosti na povrchu křemíku byl v programu Gwyddion, určeném pro zpracování získaných dat z AFM, vynesena profil špičky a vrstvy nacházející se mimo ní (viz obr. 6.2.). Jak je z obrázku vidět, jedná se jen o nepatrnou nerovinnost o cca 15 nm výšce, která může být způsobena nedostatečným ošetřením křemíkového substrátu při jeho výrobě. Předpokládá se, že u ostatních Si substrátu bude rovinnost podobná.



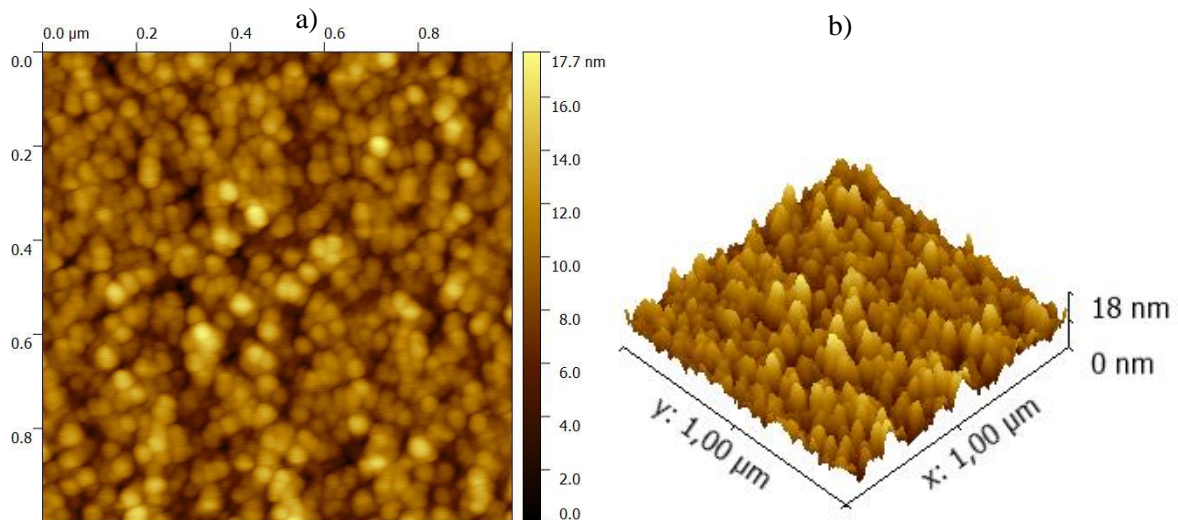
Obr. 6.2. Profil křemíkového podkladu: černě – povrch přes špičku; červeně – povrch pod špičkou.

### 6.1.1. Analýza měděných vrstev

Na obrázku 6.3. je možné vidět hranice zrn vytvořené vrstvy mědi. Výsledná data z analýzy AFM se shodují s teoretickým předpokladem formování zrn měděné vrstvy (zejména 4. etapy, obr. 3.2.).

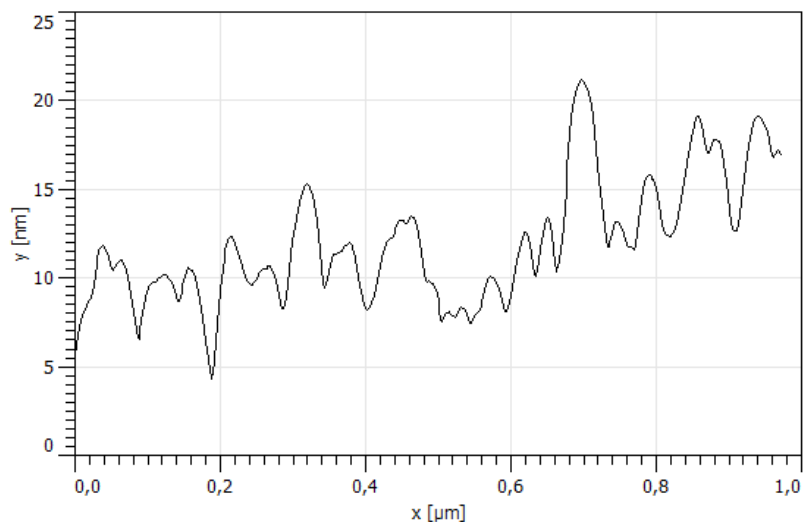


Obr. 6.3. 2D snímek tenké vrstvy mědi v rozlišení 50x50  $\mu\text{m}$ .



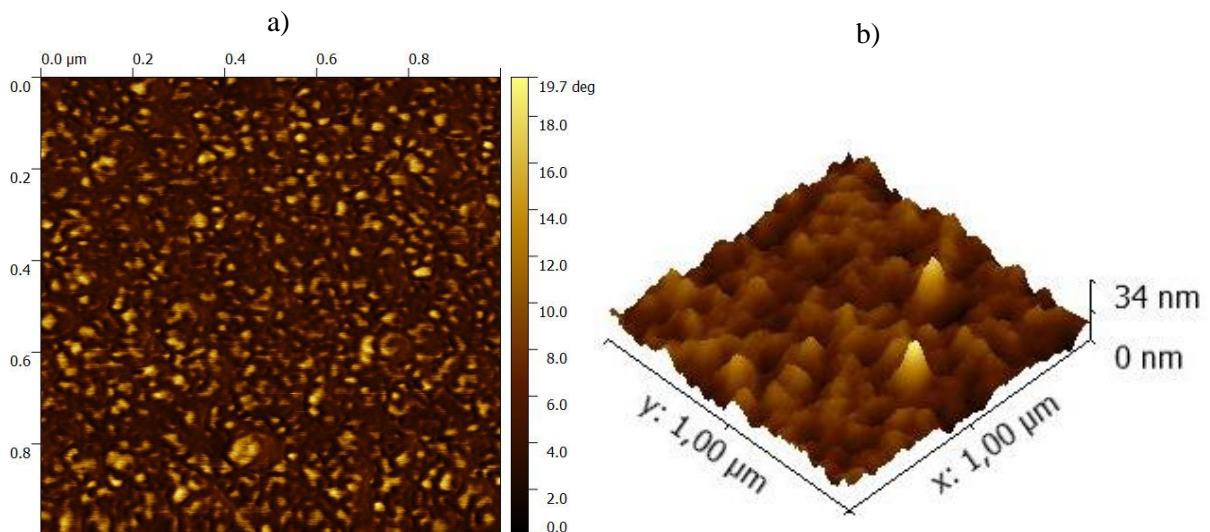
Obr. 6.4. a) 2D snímek tenké vrstvy mědi (35°C); b) topografie měděné vrstvy (35°C).

Rovinnost naprášené vrstvy při teplotě komory  $v = 35^\circ\text{C}$  osciluje mezi 5 až 18 nm, viz. topografie měděné vrstvy na obr. 6.4. b) a detail profilu na obr. 6.5. Vzhledem k maximální nerovnosti křemíkového substrátu cca 15 nm, lze naprášenou vrstvu mědi, při parametrech procesu pracovního vakua  $p = 4,2 \text{ Pa}$  a výkonu zdroje  $P = 0,8 \text{ kW}$ , považovat za rovnoměrnou.



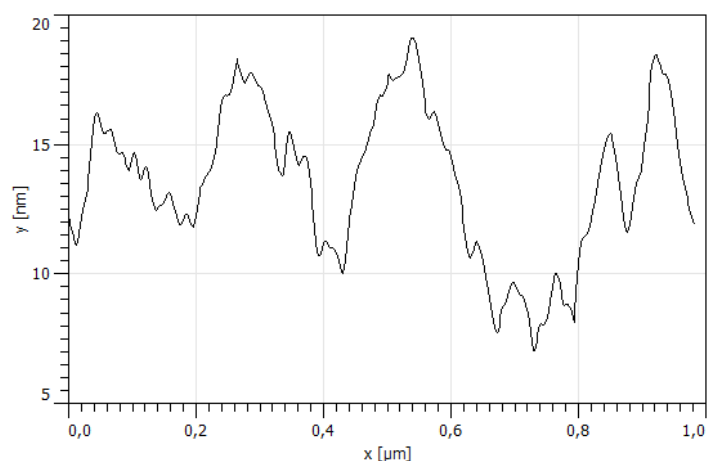
Obr. 6.5. Obrázek topografii profilu měděné vrstvy (35°C).

Na obrázků 6.6. a 6.8. jsou snímky měděných vrstev, které byly naprášeny při vyšších teplotách. Při zvýšené teplotě podložky dochází k odlišné nukleaci a krystalizaci zrn. Obecně se zvyšují rozměry jednotlivých ostrůvků v důsledku zvýšené povrchové a objemové difúze. Tvorba zrn však prochází přes několik fází růstu – přes sloupcová zrna, vláknitá zrna, až po větší ostrůvky nukleace [20]. Získané měření pomocí AFM nejsou zcela průkazná a neumožňují tak zcela určit vliv teploty. Podle teoretického předpokladu jsou rozměry zrn u vzorku s ohřátou podložkou větší (co od objemu, tak i výšky), než u vzorku bez předehřevu, nebo s nižší teplotou ohřevu. To jde alespoň částečně vypořádat z profilů obr. 6.7. pro teplotu Si substrátu  $\nu = 65^\circ\text{C}$  a obr. 6.9., pro teplotu Si substrátu  $\nu = 100^\circ\text{C}$ .

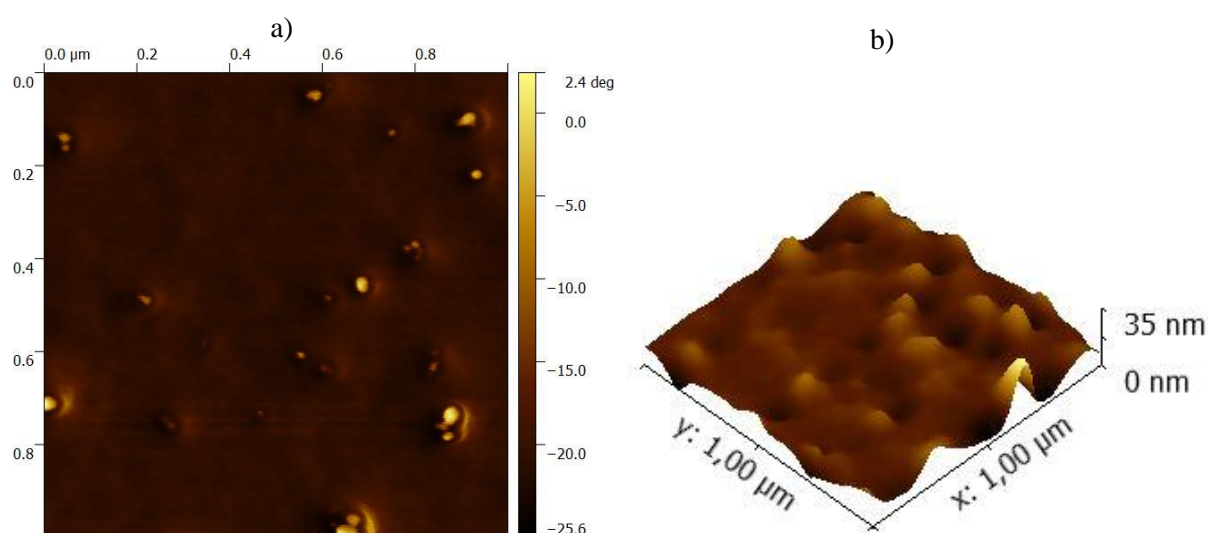


Obr. 6.6. a) 2D snímek tenké vrstvy mědi (65°C); b) topografie měděné vrstvy (65°C).

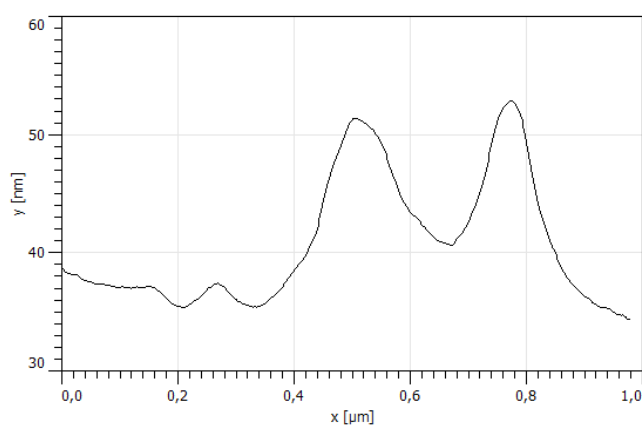
Z topografií na obr. 6.6. b) pro teplotu substrátu 65°C a obr. 6.8 b) pro teplotu substrátu 100°C je patrné, že nerovinnost povrchu dosahuje až 35 nm rozměrů.



Obr. 6.7. Obrázek profilu měděné vrstvy (65°C).



Obr. 6.8. a) 2D snímek tenké vrstvy mědi (100°C); b) topografie měděné vrstvy (100°C).



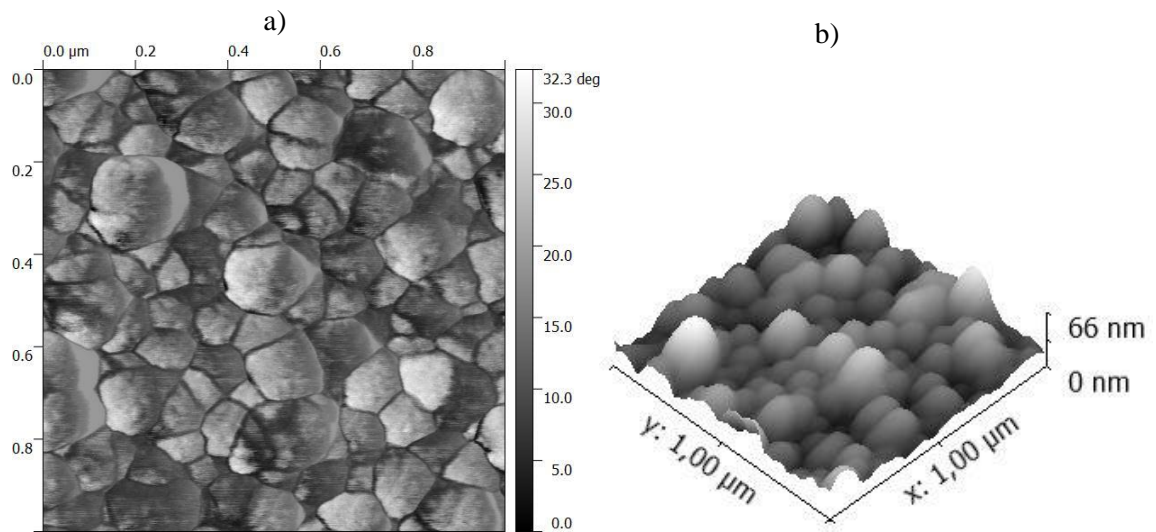
Obr. 6.9. Obrázek profilu měděné vrstvy (100 °C).

Z výsledných profilů povrchů tenkých měděných vrstev (viz obr. 6.5. 6.7. 6.9.) je vidět, že jsou odlišné od původní topografii podkladu – mají výraznější nerovinnosti zvyšující se s teplotou.

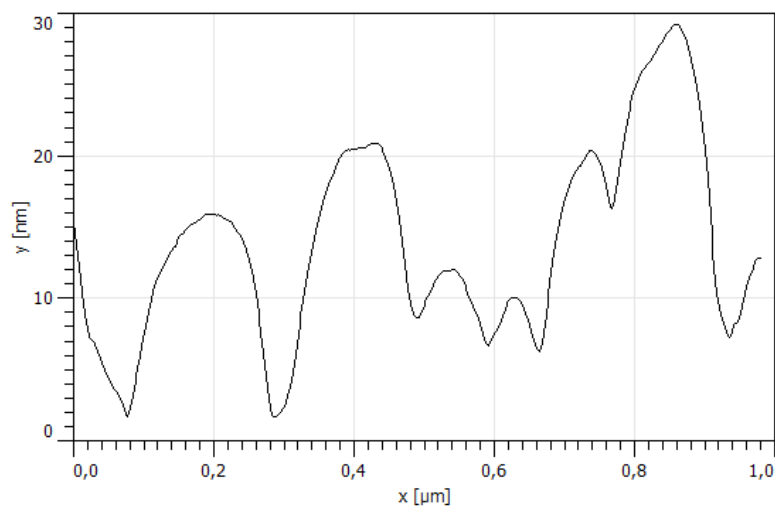
### 6.1.2. Analýza hliníkové vrstvy

Obdobným způsobem byla provedena analýza AFM vzorků s naprašenou hliníkovou vrstvou. Na obrázku 6.10. b) je topografie povrchu hliníkové vrstvy. Rovinnost povrchu této vrstvy se pohybuje v rozmezí od 0 nm do 66 nm, což vzhledem k topografii podkladového materiálu (viz obr. 6.1. b) neodpovídá rovnoměrně naprašené vrstvě.

Nerovnoměrnost nánosu může souviset s kruhově tvarovaným výbojem, nedostatečnými procesními parametry, neúplným ošetřením substrátu před naprašením [20]. Rovinnost hliníkové vrstvy by bylo pravděpodobně možné zlepšit naprašením materiálu posuvem přes target a důkladnějším očištěním substrátu.



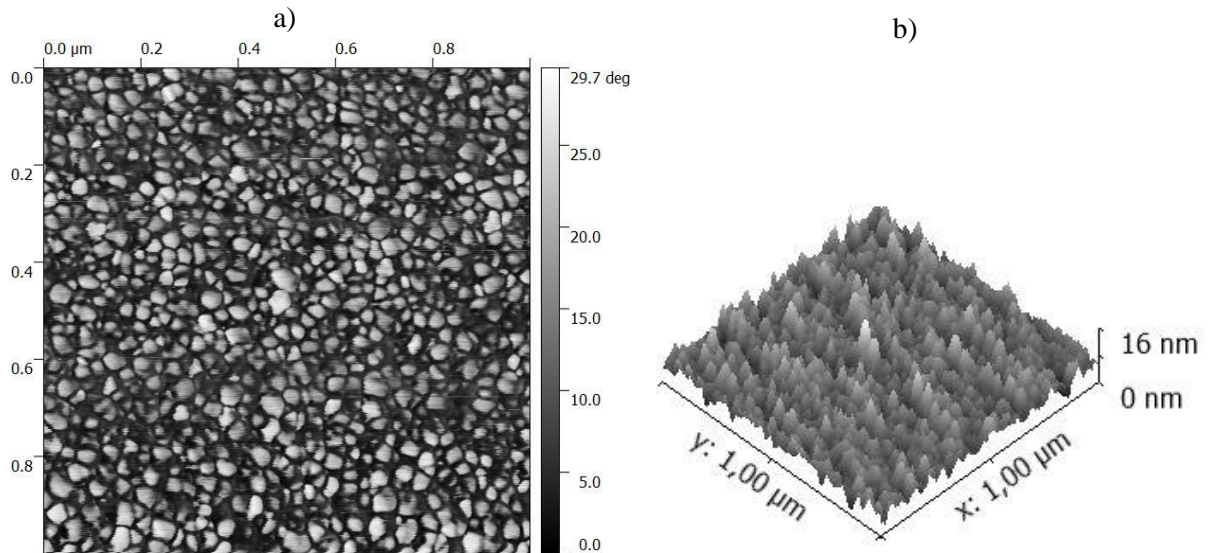
Obr. 6.10. a) 2D snímek tenké vrstvy hliníku; b) topografie hliníkové vrstvy.



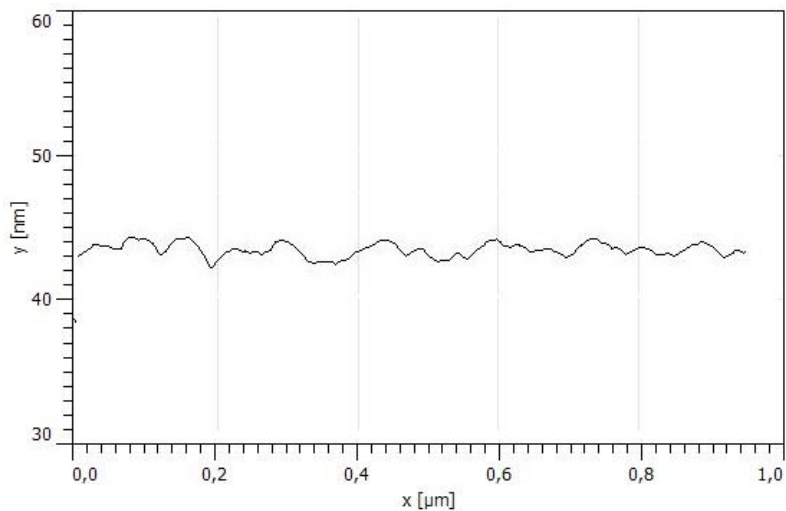
Obr. 6.11. Obrázek profilu hliníkové vrstvy.

### 6.1.3. Analýza titanové tenké vrstvy

Při porovnání topografie titanové vrstvy (viz obr. 6.12. b) s AFM podkladového Si substrátu (viz obr. 6.1.b) je možné vidět shodný reliéf. Z toho plyne, že titanová vrstva se naprášila rovnoměrně. To potvrzuje i profil titanové vrstvy (viz obr. 6.13.), což znamená, že proces naprašování titanu je tedy nastaven dobře.



Obr. 6.12. a) 2D snímek tenké vrstvy titanu; b) topografie titanové vrstvy.



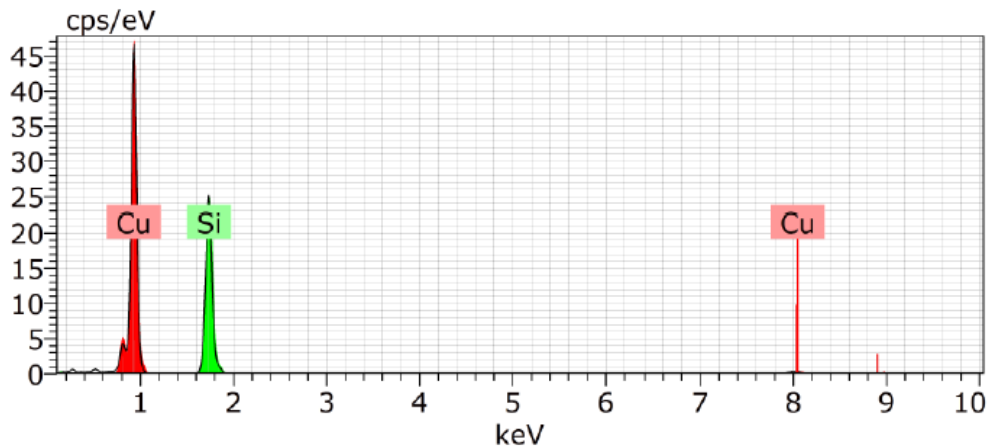
Obr. 6.13. Obrázek profilu titanové vrstvy.

## 6.2. Prvková analýza vzorků

K určení složení naprášených vrstev se využilo elektronového disperzního spektrometru (EDS) v rámci skenovacího elektronového mikroskopu (SEM).

### 6.2.1. Prvková analýza vzorku s měděnou vrstvou

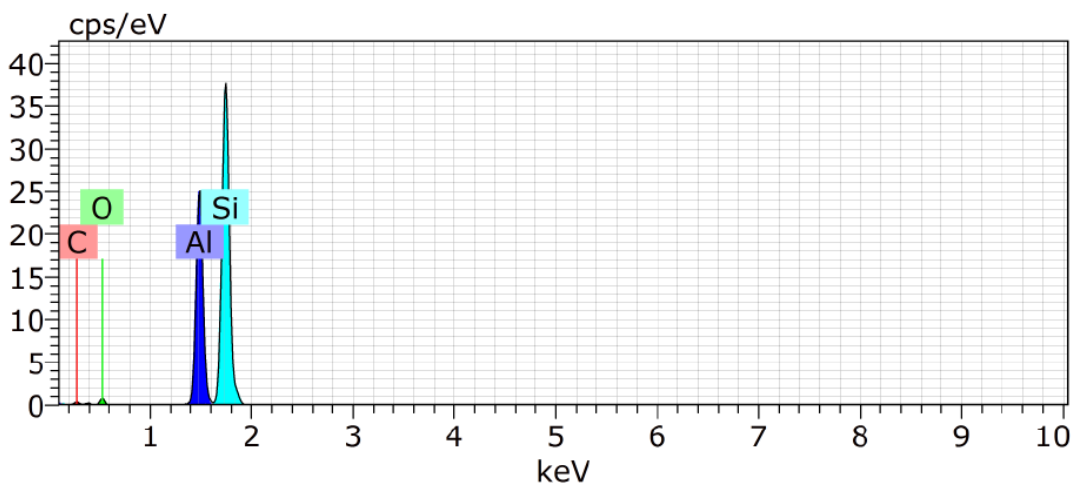
Prvkovou analýzou se prokázalo, že vytvořený vzorek obsahuje jen měď a křemík bez nadbytečných příměsí (Obr. 6.14.). Z toho plyne, že se podařilo vhodně vyčistit target mědi (před najetím targetu nad substrát bylo provedeno jeho částečné odprášení) a připravit samotný podkladový materiál (čištění izopropylalkoholem, proudem vzduchu). Znamená to i správné nastavení procesních parametrů pro depozici měděné vrstvy.



Obr. 6.14. Prvková analýza měděné vrstvy na křemíkovém substrátu bez zaznamenaných nečistot.

### 6.2.2. Prvková analýza vzorku s hliníkovou vrstvou

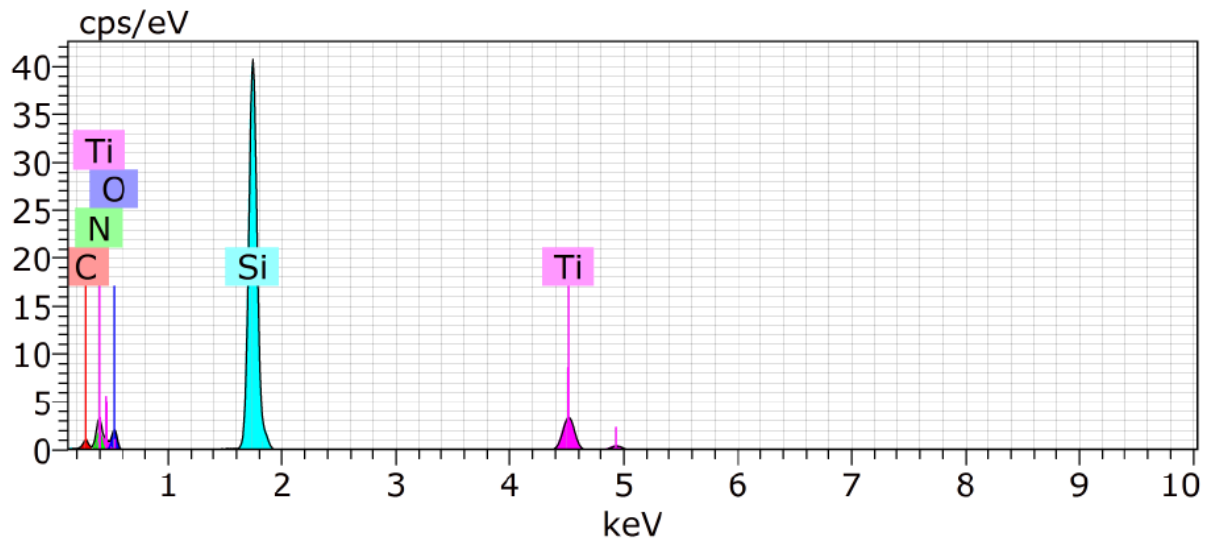
Na prvkové analýze vzorku s hliníkovou tenkou vrstvou (viz obr. 6.15.) je vidět, že kromě hliníku Al a křemíku Si se ve vzorku objevuje kyslík O a uhlík C. To může být ovlivněno nedostatečnou čistotou terče, pracovní komory při depozici vrstvy, nebo následnou kontaminací vzorku při přenosu (kyslík se rychle váže na hliník).



Obr. 6.15. Prvková analýza hliníkové vrstvy na křemíkovém substrátu.

### 6.2.3. Prvková analýza vzorku s titanovou vrstvou

U vzorku s titanovou tenkou vrstvou se také objevují nechtěné prvky – kyslík, uhlík a dusík (viz obr. 6.16.). Výskyt dusíku lze vysvětlit předešlými experimenty s reaktivním naprašováním v zařízení NP12 a nedostatečnému vyvakuování pracovní komory před přípravou depozice titanu.

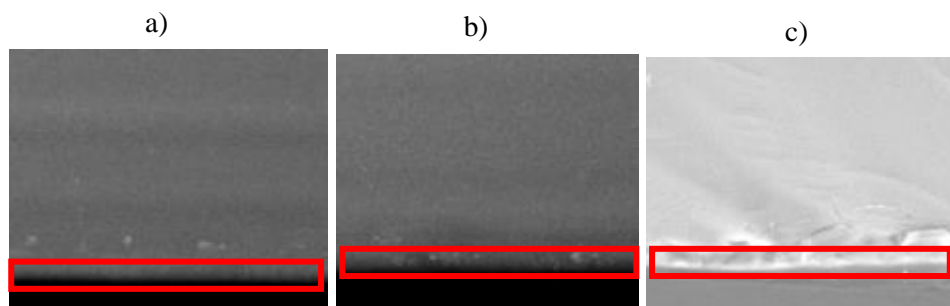


Obr. 6.16. Prvková analýza titanové vrstvy na křemíkovém substrátu.

Prvkové analýzy k určení čistoty vzorků prokázaly, jak je důležité před zahájením procesu naprašování vyčistit pracovní komoru magnetronového naprašovacího zařízení NP 12 (kontaminace vzorku titanu dusíkem) a zároveň se vyvarovat přílišného vystavení hliníkové vrstvy vnějšímu prostředí (kontaminace kyslíkem). K odstranění přebytečných prvků ze stěn komory může ještě před samotným vyvakuováním přispět zvýšení teploty uvnitř zařízení (lze nastavit v menu).

### 6.3. Měření SEM

Pouze pro ukázkou byly udělaný obrázky z boční strany vzorků na skleněných podložkách. SEM měření z profilu je neprůkazné, protože tloušťka vrstev je pro zobrazení pod jeho rozlišovací schopnosti. Pro průkaznější měření a případné určení tloušťky naprašovaných materiálů by byla vhodnější transmisní elektronová mikroskopie (TEM), která bohužel není na Ústavu elektrotechnologie VUT dostupná.



Obr. 6.17. SEM měření vrstev: a) měděná, b) hliníková, c) titanová.

## 7. Závěr

V rámci bakalářské práce bylo provedeno seznámení se s metodami vytváření tenkých kovových vrstev a teoreticky byl popsán proces magnetronového naprašování. Rovněž došlo k popisu magnetronového naprašovacího zařízení NP-12, na kterém byly poté vytvořeny vzorky mědi, hliníku a titanu na křemíkový a skleněný substrát. V rámci kapitoly 4.2. byl také uveden jednoduchý manuál na ovládání naprašovacího zařízení pro depozici tenkovrstvých kovových struktur.

Praktická část této práce se týkala osvojení si ovládání naprašovacího zařízení NP-12. V rámci tohoto úkolu bylo vyzkoušeno naprašování mědi při teplotách 35 °C, 65 °C a 100 °C substrátu, dále hliníku a titanu na dva povrchy a to sklo a křemíkový substrát. Skleněný substrát byl vybrán z důvodu SEM analýzy z profilu vzorku a křemíkový z důvodu předpokládaného jednoprvkového složení substrátu vzhledem k zjišťování čistoty naprášených vrstev. Celkem bylo vytvořeno 10 vzorků.

Během depozice kovových vrstev se zjistily vhodné procesní parametry zapálení výboje a naprašování na magnetronovém zařízení NP 12 (shrnutí v Tab. 5.1., kapitola 5.4.):

- depozice mědi Cu: tlak pracovního vakua alespoň  $p = 3$  Pa a výkon zdroje  $P = 0,4$  kW;
- depozice hliníku Al: tlak pracovního vakua alespoň  $p = 4,2$  Pa a výkon zdroje  $P = 0,8$  kW;
- depozice titanu Ti: tlak pracovního vakua alespoň  $p = 4,2$  Pa a výkon zdroje  $P = 0,5$  kW.

Následně byla provedena analýza povrchu prostřednictvím AFM mikroskopu, kde bylo viditelné formování zrn kovů při procesu jejich vytváření na substrátu. Z topografií povrchů naprášených kovových vrstev bylo možné porovnáním analýzy podkladového substrátu posoudit rovinnost naprášení. Rovinnost naprášené vrstvy mědi (kap. 6.1.1.) při teplotě pracovní komory  $v = 35$  °C oscilovala mezi 5 až 18 nm. Vzhledem k maximální nerovnosti křemíkového substrátu (cca 15 nm kap. 6.1.), lze naprášenou vrstvu mědi považovat za rovnoměrnou. To neplatí pro měď deponovanou při vyšších teplotách substrátu  $v = 65$ °C a  $v = 100$ °C . Z topografií na obr. 6.6. b) a obr. 6.8 b) je patrné, že nerovinnost povrchu dosahuje až 35 nm rozměrů a vzrůstá s teplotou substrátu.

Rovinnost hliníkové vrstvy (kap. 6.1.2.) se pohybuje v rozmezí od 0 nm do 66 nm, což vzhledem k topografii podkladového materiálu neodpovídá rovnoměrně naprášené vrstvě. Nerovnoměrnost může souviset s nedostatečnými procesními parametry, umístěním vzorku, neúplným ošetřením substrátu před naprášením.

Při porovnání topografií titanové vrstvy (viz obr. 6.12. b) s podkladovým Si substrátem (viz obr. 6.1. b) je možné vidět shodný reliéf. Titanová vrstva se naprášila rovnoměrně.

V závěrečné fázi praktické části se provedla prvková analýza vzorků, pomocí které byla zjištěna přítomnost (u vzorků s titanovou vrstvou a hliníkovou vrstvou) a nepřítomnost

(u vzorků s měděnou vrstvou) nepatřičných prvků. Na prvkové analýze vzorku s Al vrstvou (viz obr. 6.15.) je vidět, že kromě hliníku Al a křemíku Si, se v něm objevuje kyslík a uhlík. To může být ovlivněno nedostatečnou čistotou terče, pracovní komory při depozici vrstvy, nebo následnou kontaminací při přenosu. U vzorku s titanovou tenkou vrstvou se vyskytuje kyslík, uhlík a dusík (viz obr. 6.16.). Přítomnost dusíku lze vysvětlit předešlými experimenty s reaktivním naprašováním v zařízení NP12 a nedostatečnému vyvakuování pracovní komory před přípravou depozice titanu.

Snížení kontaminace nechtěnými prvky by bylo možné zabránit pomocí předehřátí komory před procesem vyvakuování, aby se uvolnily nadbytečné prvky (zejména kyslík). Před depozicí je také možné důkladněji vyčistit substráty, např. v ultrazvukové lázni. Dalším způsobem je zapnutí funkce iontového čištění targetu přímo v naprašovacím zařízení, nebo mechanické odstranění nečistot před zahájením naprašování.

V závěru praktické části jsou uvedeny SEM měření z profilu vzorků (kap. 6.3.). Toto měření je bohužel neprůkazné, protože tloušťka vrstev je pro potřebné zobrazení pod jeho rozlišovací schopnosti. Pro určení tloušťky naprašovaných materiálů a ověření měřících krystalů QCM uvnitř zařízení, by byla vhodnější transmisní elektronová mikroskopie (TEM).

V případě navazující práce je možné rozšířit techniku naprašování kovových vrstev o optimalizaci posunu magnetronových hlavic přes substráty a provést podrobnější analýzu získaných vrstev (přilnavost materiálů, TEM měření vrstev). Dále by se bylo vhodné zaměřit na vliv pracovního tlaku uvnitř komory a detailněji prozkoumat vliv teploty na substrát. Zajímavá je také možnost reaktivního naprašování, které magnetronové naprašovací zařízení NP 12 umožňuje.

## Literatura

- [1] ДУНЮШКИНА, Л. А. *Введение в методы получения пленочных электролитов для твердооксидных топливных элементов*. Д83. Екатеринбург: УРО РАН, 2015. ISBN 978-5-7691-2428-0.
- [2] *National Informal Stem Education Network* [online]. [cit. 2016-12-09]. Dostupné z: <http://www.nisenet.org/catalog/scientific-image-human-hair>
- [3] *Tenké vrstvy: aplikace, metody přípravy, hodnocení vlastností* [online]. 77 [cit. 2016-12-09]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_sma.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf)
- [4] *Technologie a vlastnosti tenkých vrstev, tenkovrstvé senzory* [online]. 26 [cit. 2016-12-09]. Dostupné z: [https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/05\\_TechnologieCVD\\_PVD\\_PECVD\\_MOVPE\\_MBE.pdf](https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/05_TechnologieCVD_PVD_PECVD_MOVPE_MBE.pdf)
- [5] GÜNZEL, Martin. *Metody depozice tenkých vrstev pomocí nízkoteplotního plazmatu* [online]. Jihočeská univerzita v Českých Budějovicích, 2013 [cit. 2016-12-09]. Dostupné z: [http://theses.cz/id/dywyo1/Diplomov\\_prce.pdf](http://theses.cz/id/dywyo1/Diplomov_prce.pdf)
- [6] *Zaměření výzkumu a vývoje, přístrojové vybavení, nabídka služeb* [online]. [cit. 2016-12-09]. Dostupné z: [http://www.cvvoze.cz/wp-content/uploads/2016/11/katalog\\_cvvoze.pdf](http://www.cvvoze.cz/wp-content/uploads/2016/11/katalog_cvvoze.pdf)
- [7] *Plasma electronic* [online]. [cit. 2017-06-01]. Dostupné z: <http://www.plasma-electronics.com/chemical-vapor-deposition.html>
- [8] BOUŠEK, Jaroslav a Josef ŠANDERA. *Elektrovakuové přístroje a technika nízkých teplot* [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2011 [cit. 2017-06-01].
- [9] PÁNEK, Petr, Milan LÍBEZNÝ, Michal LORENC, et al. *ZÁKLADY TECHNOLOGIE VÝROBY POLOVODIČŮ* [online]. 2015, 376 [cit. 2017-06-01].
- [10] ONDRÁČEK, Michal. *TVORBA MOTIVŮ TENKOVRSŤVÝMI METODAMI* [online]. Vysoké učení technické v Brně, 2014 [cit. 2017-06-01].
- [11] LIBRA, Martin. *Naprašování tenkých vrstev* [online]. [cit. 2017-06-01]. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev--14441>
- [12] LILJEHOLM, Lina. *Reactive sputter deposition of functional thin films* [online]. Uppsala Universitet: Digital comprehensive summaries of Uppsala dissertations from the faculty of science and technology 945, 2012 [cit. 2017-06-01]. ISBN 978-91-554-8403-3.
- [13] *Fyzikální metody nanášení tenkých vrstev* [online]. 29 [cit. 2017-05-29]. Dostupné z: [https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/03\\_Fyzikalni+metody\\_nanaseni\\_tenkych\\_vrstev.pdf?redirected](https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/03_Fyzikalni+metody_nanaseni_tenkych_vrstev.pdf?redirected)

- [14] Horký, Michal. *OPTIMALIZACE IONTOVÉHO ZDROJE TYPU COLUTRON* [online]. Vysoké učení technické v Brně, 2014 [cit. 2017-06-01].
- [15] KAZELLE, Jiří, Karel LIEDERMANN, Josef JIRÁK, Svatopluk HAVLÍČEK, Jiří VANĚK, Zdenka ROZSÍVALOVÁ a Marie SEDLAŘÍKOVÁ. *Elektrotechnické materiály a výrobní procesy* [online]. , 273 [cit. 2017-06-01].
- [16] Vakuová technika. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2017-06-01]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Vakuov%C3%A1\\_technika](https://cs.wikipedia.org/wiki/Vakuov%C3%A1_technika)
- [17] BOUŠEK, Jaroslav. *Iontové zdroje* [online]. [cit. 2017-06-01]. Dostupné z: [http://www.umel.feec.vutbr.cz/~bousek/vak/tab\\_kauf.pdf](http://www.umel.feec.vutbr.cz/~bousek/vak/tab_kauf.pdf)
- [18] KHUN, Josef a Vladimír SCHOLTZ. *Nízkoteplotní plazma IV – doutnavý výboj* [online]. [cit. 2017-06-01]. Dostupné z: [http://www.aldebaran.cz/bulletin/2012\\_42\\_pla.php](http://www.aldebaran.cz/bulletin/2012_42_pla.php)
- [19] SCHMIEDT, Lukáš. *Fyzika plazmatu* [online]. [cit. 2017-06-01]. Dostupné z: <http://physics.mff.cuni.cz/kfpp/s4r/plazma/>
- [20] *ФИЗИКА ТОНКИХ ПЛЕНОК И МАЛЫХ ЧАСТИЦ* [online]. In: . s. 58 [cit. 2017-06-01].
- [21] *Magnetronové naprašování* [online]. [cit. 2017-06-01]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/magnetronove-naprasovani>

## Seznam symbolů, veličin a zkratk

IO	Integrovaný obvod
LCD	Liquid crystal display, displej z tekutých krystalů
ELD	Elektroluminiscenční displej
CVD	Chemical Vapor Deposition, chemická depozice z plynné fáze.
PVD	Physical Vapor Deposition, fyzikální depozice z plynné fáze.
Ar	Argon.
Ti	Titan.
Al	Hliník.
Cu	Měď.
Si	Křemík.
$\vec{F}$	Vektor síly.
$e$	Elementární náboj.
$\vec{E}$	Vektor intenzity elektrického pole.
$\vec{v}$	Rychlost.
$\vec{B}$	Vektor magnetické indukce.
$m_e$	Hmotnost elektronu.
SBE	Surface Binding Energy, povrchová vazebná energie.
$Q$	Odčerpávaný plyn.
$P$	Parciální tlak.
$S$	Čerpací rychlost.
$P$	Tlak.
$K$	Boltzmannova konstanta.
$T$	Teplota.

$E_e$	Energie elektronu (střední hodnota energie jedné částice).
$v_e$	Hodnota střední kvadratické rychlosti elektronů.
QCM	Quartz crystal microbalance, kmitající křemenný krystal.
AFM	Atomic Force Microscopy, mikroskopie atomárních sil.
EDS	Elektronový disperzní spektrometr.
SEM	Skenovací elektronový mikroskop.
TEM	Transmisní elektronová mikroskopie.