

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

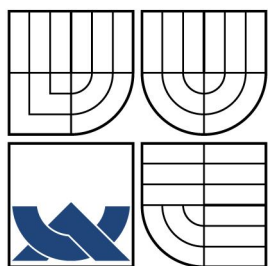
DIAGNOSTIKA A OPTIMALIZACE PARAMETRŮ WIENOVA FILTRU
PRO HMOTNOSTNÍ SEPARACI IONTŮ

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

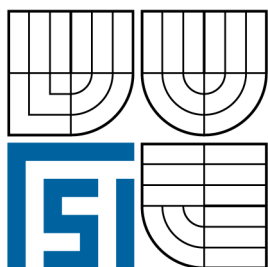
AUTOR PRÁCE
AUTHOR

VÍTĚZSLAV JOCH

BRNO 2009



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

DIAGNOSTIKA A OPTIMALIZACE PARAMETRŮ WIENOVA FILTRU PRO HMOTNOSTNÍ SEPARACI IONTŮ

DIAGNOSTICS AND OPTIMIZATION OF WIEN FILTER FOR MASS SEPARATION OF IONS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

VÍTĚZSLAV JOCH

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

ING. STANISLAV VOBORNÝ, PH.D.

BRNO 2009

Abstrakt

Tato bakalářská práce se zabývá stanovením základních parametrů Wienova filtru pro hmotnostní separaci fokusovaného iontového svazku. Dále se práce zabývá hledáním vhodných provozních parametrů iontového děla pro depozici ultratenkých vrstev iontovým svazkem s nově zabudovaným filtrem. Součástí práce je také návrh a realizace Faradayovy sondy pro měření proudových profilů fokusovaného iontového svazku.

Summary

This bachelor thesis deals with measurement of the basic parameters of Wien filter for mass separation of focused ion beam. One part of the thesis is searching the right operational parameters of the ion gun for deposition of ultra-thin films with redesigned Wien filter. The next part of the thesis deals with a design and realization of a Faraday cup for measurement of the current density profiles of the focused ion beam.

Klíčová slova

Wienův filtr, iontový svazek, proudový profil, Faradayova sonda

Keywords

Wien filter, ion beam, current profile, Faraday cup

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně a použil pouze podklady uvedené v příloženém seznamu.

Vítězslav Joch

Děkuji Ing. Stanislavu Vobornému Ph.D. za vedení při mé práci.

Vítězslav Joch

Obsah

1 Úvod	3
2 Wienův filtr	5
2.1 Teorie Wienova filtru	5
2.2 Navržený Wienův filtr	7
3 Měření vlastností Wienova filtru	9
3.1 Magnetické pole Wienova filtru	9
3.1.1 Popis měření	9
3.1.2 Vyhodnocení měření	12
3.2 Simulace elektromagnetického pole Wienova filtru	14
3.2.1 Osové průběhy elektromagnetického pole ve Wienově filtru	14
3.2.2 Separální účinek na svazky částic	15
3.3 Proudové charakteristiky iontového svazku	17
3.3.1 Plošné profily proudové hustoty svazku	18
3.3.2 Hmotnostní proudový profil	20
4 Faradayova sonda	27
4.1 Teorie Faradayovy sondy	27
4.2 Návrh Faradayovy sondy	29
5 Závěr	33
Literatura	35

1. Úvod

V laboratoři povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství se kromě jiných oblastí zabýváme depozicí (nanášením) tenkých vrstev. Nanášení vrstev se provádí na aparaturách navržených a sestrojených pracovníky a studenty tohoto ústavu. Součástí jedné z aparatur je iontové dělo, které vytváří svazek s širokým rozsahem dopadových energií (10 – 3000 eV). Tento svazek je možno využít k depozicím dně i analýzám nanášených ultratenkých vrstev.

Iontový zdroj vytváří ionty z molekul nebo atomů plyných prvků (Ar, N, Ne, He, ...). Ve svazku jsou však kromě požadovaných iontů také ionty nečistot. Pro plné využití potenciálu zařízení je žádoucí tyto nečistoty ze svazku odstranit. Pro tento účel byl sestrojen Wienův filtr. První návrh Wienova filtru provedl Pavel Jánský. Z důvodu výsledné velikosti zařízení nebyl tento návrh realizován. Dalším návrhem filtru, založeném na využití permanentního magnetu jako zdroje magnetického pole, se ve své diplomové práci zabýval student Josef Pokorný.

Náplní předkládané bakalářské práce je úprava a testování Wienova filtru navrženého Josefem Pokorným a jeho následná optimalizace.

První kapitola se zabývá principem a konstrukcí Wienova filtru. Jsou zde také popsány provedené změny.

Druhá kapitola obsahuje výsledky měření magnetického pole uvnitř magnetického obvodu Wienova filtru s feritovými a neodymovými magnety a jejich srovnání s výsledky získanými simulacemi. Jsou zde také uvedeny proudové charakteristiky vyrobeného Wienova filtru.

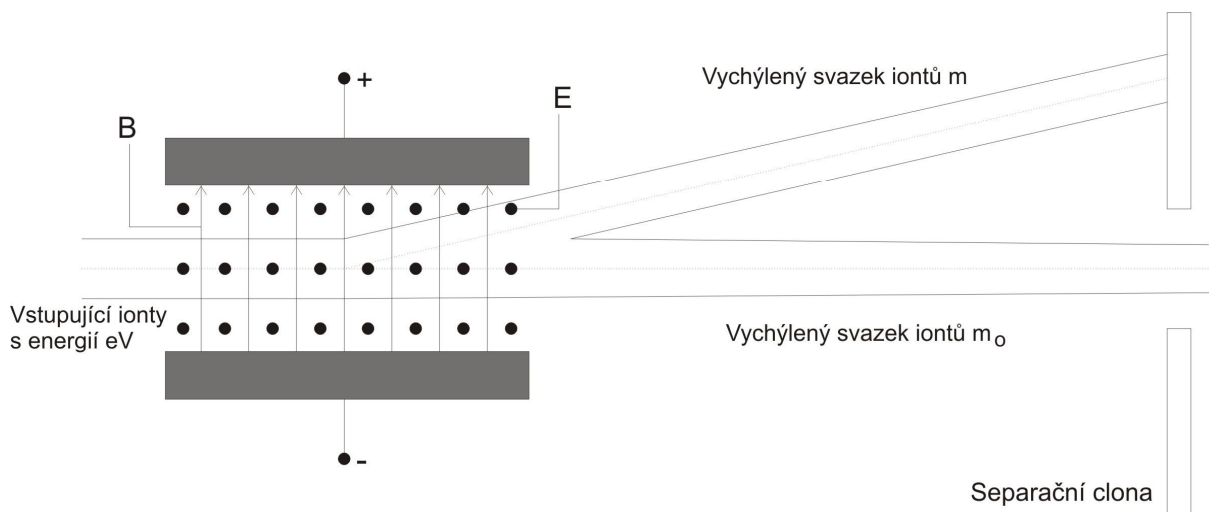
Třetí kapitola se zabývá teorií a návrhem nové Faradayovy sondy, používané též k měření proudových charakteristik Wienova filtru.

2. Wienův filtr

Na Ústavu fyzikálního inženýrství se používalo iontové dělo vakuové aparatury nejdříve pro tvorbu iontových svazků o vyšších energiích (1 – 3 keV). Poté byl zakoupen komerční iontový zdroj, využívaný k analýzám pomocí metod hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů (SIMS) a spektroskopie rozptýlených iontů (ToF-LEIS) a původní iontové dělo bylo optimalizováno pro depoziční experimenty. Při přímých depozičních iontovým svazkem je tenká vrstva vytvářena přímo dopadajícími ionty. Tento způsob přípravy umožňuje přesnou kontrolu parametrů depozice, protože lze řídit výslednou energii iontů, proud dopadajících iontů a také významně ovlivňovat čistotu výsledných vrstev. Metoda rovněž umožňuje nanášení vrstev v ultra-vakuových podmínkách. Při depozičních se snažíme dosáhnout co nejčistějších vrstev. Čistota vrstvy je totiž jedním z rozhodujících kritérií pro dosažení požadovaných vlastností vrstvy. Některé z nečistot, které se do procesu depozice mohou zapojit, pocházejí ze stěn aparatury. Tyto nečistoty se snažíme odstranit tzv. vypékáním. Další zdroj znečištění substrátu pochází z iontového svazku. K jejich separaci slouží Wienův filtr, který ionty pomocí zkříženého elektrického a magnetického pole vyvádí ze svazku. Pro nanášení tenkých vrstev jsou nežádoucí především uhlík a kyslík.

2.1 Teorie Wienova filtru

Wienův filtr se skládá z dvojice deskových elektrod vytvářejících mezi sebou přibližně homogenní elektrostatické pole a z magnetického obvodu generujícího ve stejné oblasti magnetické pole. Vektory intenzity elektrického pole a indukce magnetického pole jsou vzájemně kolmé a leží v rovině kolmé na dráhu svazku. Jak působí Wienův filtr na iontový svazek, je uvedeno na obr. 1.



Obr. 1 - Princip Wienova filtru

Za předpokladu, že ionty obsažené v iontovém svazku mají stejnou energii, je možné je rozlišit dle rychlosti nebo hmotnosti, přesněji podle poměru q/m , kde m je hmotnost iontu a q je náboj. Při současném působení magnetické a elektrické síly platí pro jejich rovnováhu vztah

$$qE = qvB, \quad (2.1)$$

kde E je intenzita elektrického pole a B je indukce magnetického pole. Z této rovnosti lze získat tzv. Wienovu podmínku

$$v = \frac{E}{B} . \quad (2.2)$$

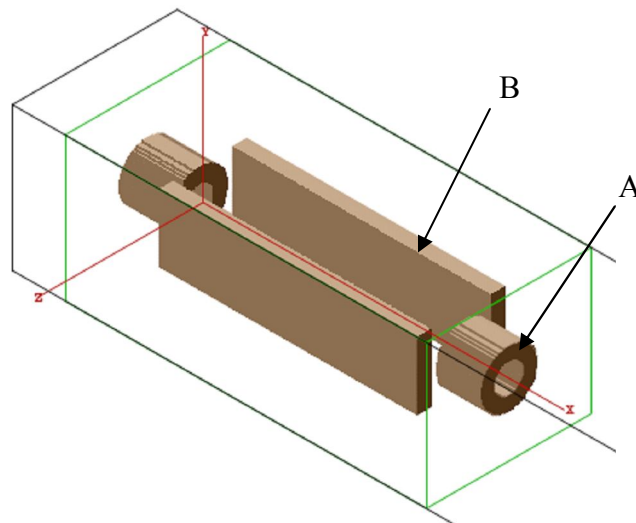
Podmínka vyjadřuje rychlost iontu, který nebude vychýlen při daných hodnotách E a B . Lze ji přeformulovat na hmotnostní podmínku vyjadřující hmotnost iontu m_0 , který nebude vychýlen

$$m_0 = 2E_k \left(\frac{B}{E} \right)^2 , \quad (2.3)$$

kde E je intenzita elektrického pole, E_k kinetická energie iontu a B indukce magnetického pole. Vztah předpokládá konstantní velikost kinetické energie všech iontů ve svazku. Ve skutečnosti vykazují ionty rozptyl energií, který omezuje míru separace Wienova filtru.

Z důvodu existence příčných sil ve Wienově filtru se vnáší do iontového svazku optická vada - astigmatismus. Je to vada zobrazení způsobená nehomogenitou magnetického pole vůči poli elektrickému. Astigmatismus se musí nutně projevit u každého Wienova filtru, pokud není korigován. Odstraněním astigmatismu se zabývali Seliger [3], Tsuno a ostatní [4], [5], [6], kteří pracovali většinou s různým úhlovým natočením pólových nástavců Wienova filtru. Kvůli konstrukční obtížnosti návrhu jejich Wienova filtru nebyl v námi zkoumaném Wienově filtru tento princip zapracován. Astigmatismus se dá také odstranit zařazením kvadrupólového nebo oktupólového deflektoru (viz [7]).

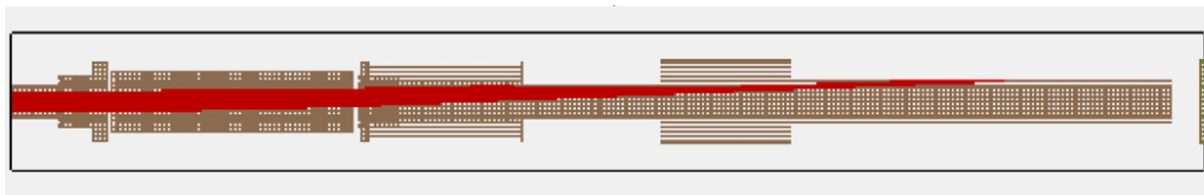
Ve Wienově filtru se musí brát zřetel na skokovou změnu elektrického pole na konci Wienova filtru, která není úměrná pozvolnější změně pole magnetického. Dochází zde k tzv. „vytékání“ magnetického pole. V těchto místech není elektrická síla v rovnováze s magnetickou (2.1). To má za následek, že jsou ionty vychylovány nežádoucími silami. Nedostatek se řeší přidáním stínících trubiček před a za filtr. Trubičky jsou vyrobeny z magneticky měkké oceli, která omezí šíření magnetického pole vně Wienova filtru v oblasti optické osy. Na ose pak dochází k jeho rychlejšímu poklesu srovnatelnému s průběhem elektrického pole na okrajích Wienova filtru. Trubičky jsou zobrazeny na obr. 2.



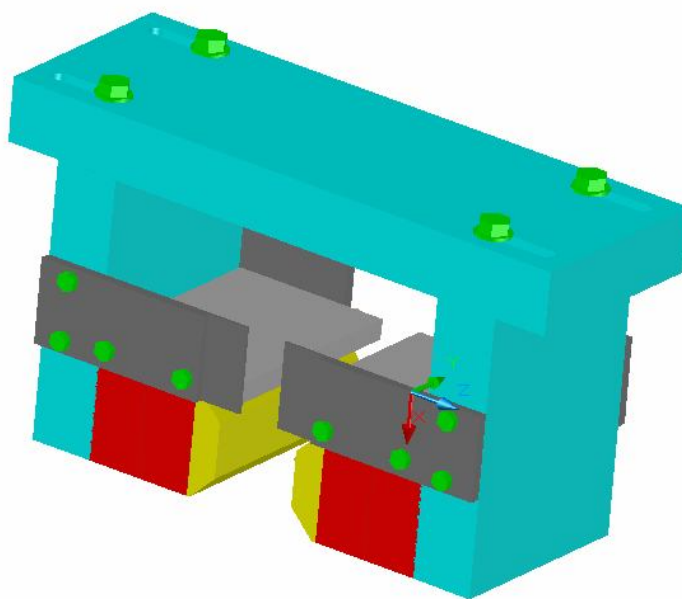
Obr. 2 – Wienův filtr. A – stínící trubičky, B – magnetické nástavce

2.2 Popis Wienova filtru

Wienův filtr na bázi permanentního magnetu byl navržen v diplomové práci Josefa Pokorného [1]. Byl navržen tak, aby na ose iontového svazku byla magnetická indukce minimálně $B=200$ mT. Tato hodnota je na základě provedených simulací v diplomové práci programem Simion dostačující (obr. 3). Přibližným analytickým výpočtem bylo zjištěno, že by k tomuto účelu měly postačit feritové magnety. Wienův filtr byl vyroben až po odevzdání diplomové práce Josefa Pokorného. Kompletace a experimentální ověření jeho vlastností bylo proto náplní této bakalářské práce. Návrh magnetického obvodu Wienova filtru je na obr. 4.



Obr. 3 - Simulace účinku magnetického obvodu - v prostředí programu Simion, zobrazena trajektorie iontů O_2^+ , vychylovací napětí U_v nastaveno tak, aby osový iont N_2^+ proletěl nevychýlen, magnetická indukce $B=200$ mT



Obr. 4 - Magnetický obvod Wienova filtru

Po výrobě všech částí byl Wienův filtr v laboratoři sestaven. Vyskytlo se několik nedostatků, které musely být odstraněny, neboť nám nedovolovaly Wienův filtr sestavit. Jedním z problémů byly zkosené nástavce magnetů, které jsou na obr. 4 vedle červených magnetů vyneseny žlutě. Nástavce měly sloužit ke zhuštění magnetického pole v místě separace iontů. Proti předpokladu se však ukázalo, že ve skutečnosti tyto nástavce zapříčiňují vytékání magnetického pole nad a pod místo průletu separovaných iontů a tím zeslabují magnetické pole. Zeslabení bylo natolik významné, že nástavce musely být odstraněny.

V důsledku jejich vynechání z magnetického obvodu došlo ke změně rozměrů Wienova filtru. Aby jej šlo nasadit na ultravakuovou aparaturu, bylo nutno přiblížit boční hrany

magnetického obvodu o příslušnou hodnotu. Tomu však zabráňovaly krátké vodící drážky pro bočnice. Vyfrézováním delších drážek bylo dosaženo požadované vzdálenosti mezi činnými plochami magnetů.

Při sestavování magnetického obvodu Wienova filtru se jako velká nevýhoda ukázala značná křehkost feritových magnetů. Při manipulaci s těmito magnety bylo složité zajistit, aby magnety zprudka nenarážely na stěny magnetického obvodu. V důsledku několika nárazů se z magnetů odštěpily malé kousky, které mohou mít také nepatrný vliv na homogenitu magnetického pole uvnitř magnetického obvodu Wienova filtru. Některé odštípnuté kousky magnetů, přichycené na magnetických plochách, bránily těsnému přiblížení magnetického obvodu k stěnám komory a tím zvětšovaly vzduchovou mezeru. Nejen kvůli této vlastnosti, ale také skrze konečnou nedostatečnou magnetickou indukci jsme realizovali další modifikaci Wienova filtru. Místo dvou párů feritových magnetů byl zakoupen jeden pár neodymových magnetů. Magnety měly opět jiný rozměr, proto bylo nutno opět Wienův filtr upravit, aby šel nasadit na ultravakuovou aparaturu. Úprava spočívala v sestrojení jednoho páru kvádrů o velikosti odpovídající mezeře vzniklé po feritových magnetech. Kvádry byly, tak jako celé jho magnetického obvodu, vyrobeny z materiálu behanit (ocel 12040) ve firmě Delong Instruments.

3. Měření vlastností Wienova filtru

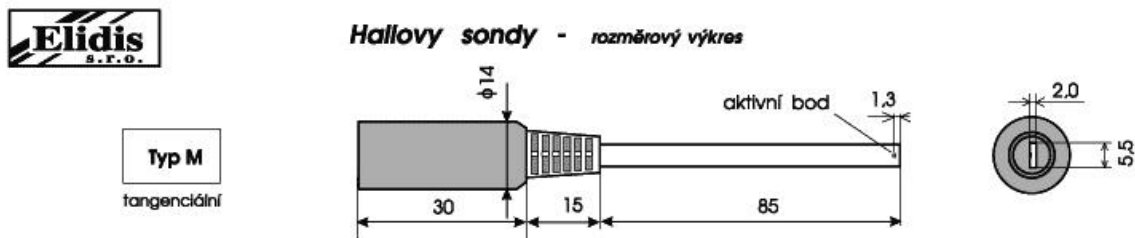
Všechny experimentální výsledky byly měřeny pro dopadovou energii iontů 30 eV. Tomu odpovídá průletová energie Wienovým filtrem 2450 eV. Výbojový proud v plazmatickém iontovém zdroji byl udržován v rozmezí 40 – 45 mA pro dosažení maximálního iontového proudu. Optika iontového děla byla udržována na plovoucím potenciálu -2420 eV.

3.1 Magnetické pole Wienova filtru

Navržený Wienův filtr byl reálně sestaven až v průběhu této bakalářské práce. Z tohoto důvodu bylo nutné experimentálně ověřit předpoklady, se kterými byl tento filtr navržen.

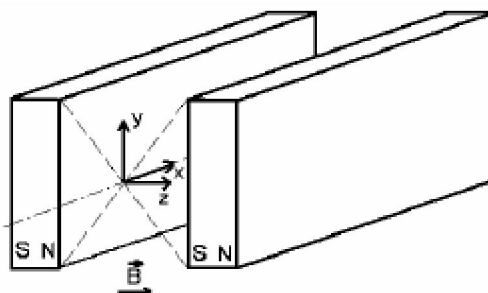
3.1.1 Popis měření

Cílem měření bylo určit průběh magnetického pole v mezeře jha magnetického obvodu Wienova filtru. Průběh je možno získat proměřením magnetické indukce B v ose iontového paprsku mezi pólovými nastavci magnetického obvodu. Pro měření byl použit teslametr značky Elidis. Teslametr obsahuje tangenciální sondu, jejíž detekční plocha (na obr. 5 označena jako aktivní bod) je umístěna 1,3 mm od konce sondy. Tento rozměr je již ve všech výsledcích zohledněn, proto nebude již zdůrazňován. Sonda využívá pro měření magnetické indukce B Hallova jevu. Její tvar je znázorněn na obr. 4. Při očekávaných výsledcích do 200 mT byla rozlišovací schopnost teslametru 0,1 mT.



Obr. 5 - Hallova sonda

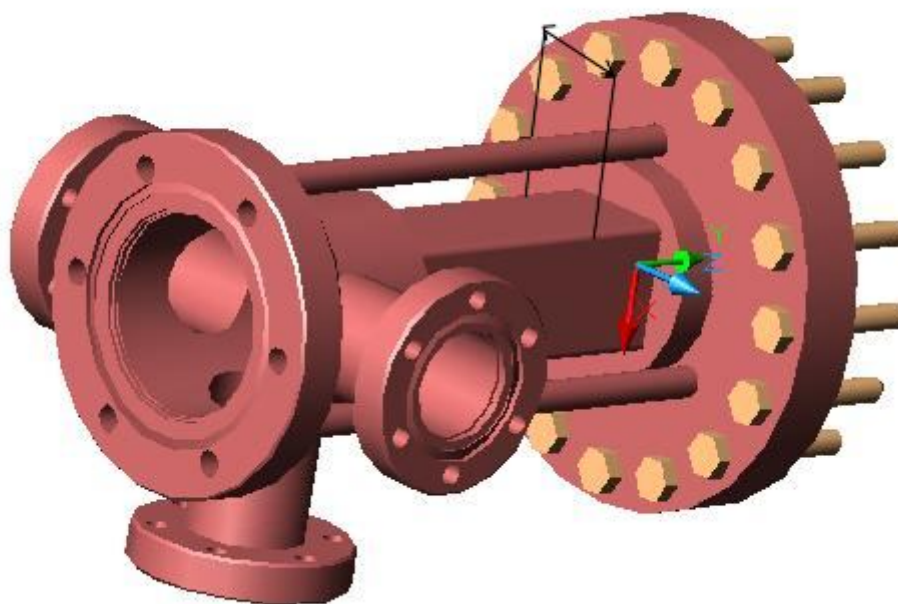
K zajištění definovaného posuvu v geometrickém středu mezi páry magnetů byla využita optická lavice s měřítkem. V pojízdném držáku byla připevněna sonda teslametru. Měření magnetické indukce probíhalo pouze na ose x viz obr. 6. Mimo osu není možné měřit z důvodu omezení stínícími trubičkami.



Obr. 6 - Orientace při měření [1]

Měření bylo provedeno pro dvě různé konfigurace magnetického obvodu. Obě konfigurace měly stejnou vzdálenost mezi magnety, která byla rovna vnějším rozměrům komory, jak je naznačeno na obr. 7. Po zakoupení neodymových magnetů místo stávajících feritových byla zopakována měření při stejné konfiguraci.

Všechna čtyři měření byla prováděna samostatně, protože z časových důvodů nebylo možné měřit všechny konfigurace zároveň. Tento fakt měl za následek, že magnetická indukce nebyla měřena ve stejných místech. Předpokládaná nepřesnost nastavení polohy byla asi 1mm. Díky hustotě měřených kroků a možnosti proložit tyto kroky křivkou, která pro nás měla dostatečnou vypovídací hodnotu.



Obr. 7 - Část aparatury s Wienovým filtrem. Kótou je naznačen rozměr komory, který je současně vzdáleností činných ploch magnetů

Feritové magnety s magnetickým obvodem

Při tomto měření byla magnetická indukce měřena pouze mezi magnety zabudovanými v magnetickém obvodu bez vakuové komory. Vzdálenost mezi magnety byla rovna vnější šířce komory, což je 40,2 mm (viz obr. 7). Sonda byla umístěna na osu mezi magnety. Na obr. 9 je křivka označena Fe+MO.

Feritové magnety s magnetickým obvodem a Wienovým filtrem

K předchozí konfiguraci přibyla ještě část vakuové aparatury s Wienovým filtrem, na které byl umístěn magnetický obvod. Opět byla měřena magnetická indukce na ose x, aby byla zachována konzistentnost dat. Na obr. 9 je křivka označena Fe+MO+WF.

Neodymové magnety s magnetickým obvodem

Sestavení bylo obdobné jako s feritovými magnety s jedním rozdílem. Pro instalaci neodymových magnetů bylo nutné přizpůsobit magnetický obvod vložením behanitových hranolů. Hranoly byly vyrobeny podobně jako celý magnetický obvod z materiálu behanit ve firmě Delong Instruments. Na obr. 9 je křivka označena Ne+MO.

Neodymové magnety s magnetickým obvodem a Wienovým filtrem

V této konfiguraci byla připojena část vakuové aparatury s Wienovým filtrem, na které je umístěn magnetický obvod. Měření magnetické indukce probíhá opět na ose x. Uspořádání experimentu pro poslední variantu je vidět na obr. 8. Na obr. 9 je křivka označena Ne+MO+WF.



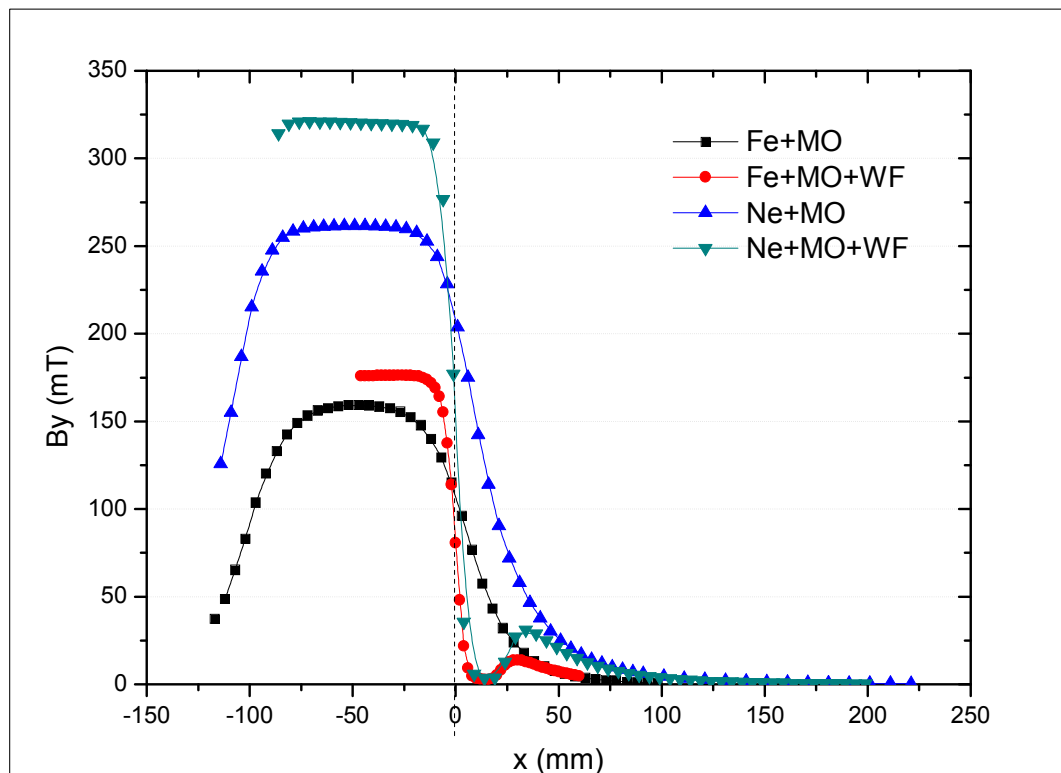
Obr. 8 - Experimentální uspořádání

3.1.2 Vyhodnocení měření

Výsledky měření jsou shrnuty na obr. 9, výsledná měření jsou též obsažena na příloženém disku v souboru BC_indukce.opj.

Průběh magnetické indukce

Nejvýznamnější složkou magnetické indukce v měřeném magnetickém obvodu je z-ová složka. Je to složka magnetického pole, která je kolmá na elektrickou složku, čímž plní dohromady funkci Wienova filtru. Z grafu je zřejmé, že magnetický obvod s magnety a Wienovým filtrem měl vždy magnetickou indukci přibližně o 10 % větší než samotný magnetický obvod s magnety. To bylo zřejmě způsobeno magnetickými nástavci umístěnými v ultravakuové aparatuře, které zmenšují vliv vzduchové mezery. Vzhledem k povaze problému a předpokládané symetrii je pro nás důležitá pouze náběžná hrana magnetů. Přesto však byla ve většině případů proměřena i protilehlá strana.



Obr. 9 - Průběh magnetické indukce. Pozice nula na x-ové ose je hrana magnetického obvodu. Je vyznačena přerušovanou čarou. V legendě znamená Fe – feritové magnety, Ne – neodymové magnety, MO – magnetický obvod a WF – část vakuové aparatury s Wienovým filtrem

Opět se prokázalo, že magnetické pole bez stínící magnetické trubičky značně vytéká do prostoru za Wienovým filtrem. V našem případě nebyl průběh magnetického a elektrického pole konzistentní. V důsledku toho by mohlo docházet k nechtěným jevům, jako je například vyosení iontového svazku a ztráta iontů.

Minimálnímu „vytékání“ magnetického pole před a za Wienův filtr nelze úplně zabránit kvůli povaze problému. Magnety budou díky konečným rozměrům vždy vyzařovat nejenom

hranami se severním a jižním pólem, ale také svými bočními hranami. Námi měřené vytékání magnetického pole je však z pohledu letícího iontu zanedbatelné.

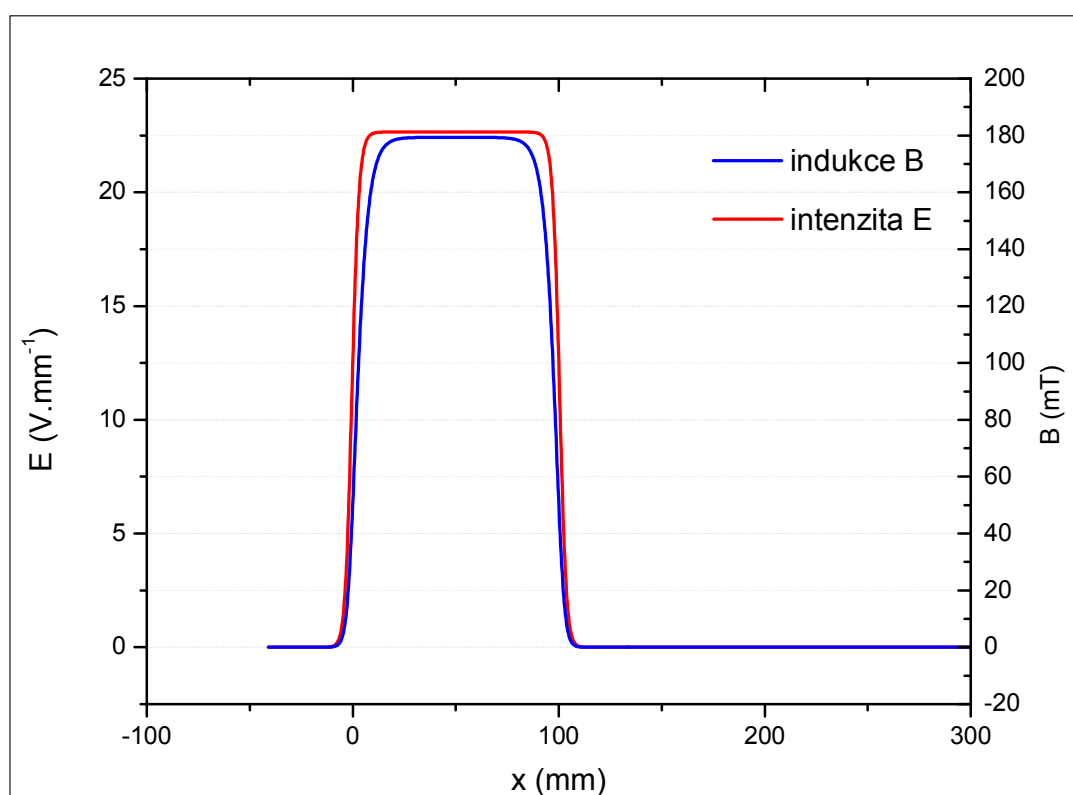
Z grafu lze jasně vyčíst, že původní feritové magnety nedosahovaly ani v kompletní sestavě s Wienovým filtrem kýžené hodnoty magnetické indukce $B=200$ mT. Neodymové magnety jsou mnohem silnější. Tím by se měla zvýšit míra separace Wienova filtru. Tento jev je prozkoumán blíže v kapitole 3.2.

3.2 Simulace elektromagnetického pole Wienova filtru

Určení průběhu intenzity elektrického pole není v naší laboratoři experimentálně možné. V daném místě Wienova filtru můžeme intenzitu určit výpočtem. Pro výpočet průběhu intenzity elektrického pole v tomto místě byl využit program Simion. Současně zde byla simulována i indukce magnetického pole, která byla experimentálně ověřena v 3.1.

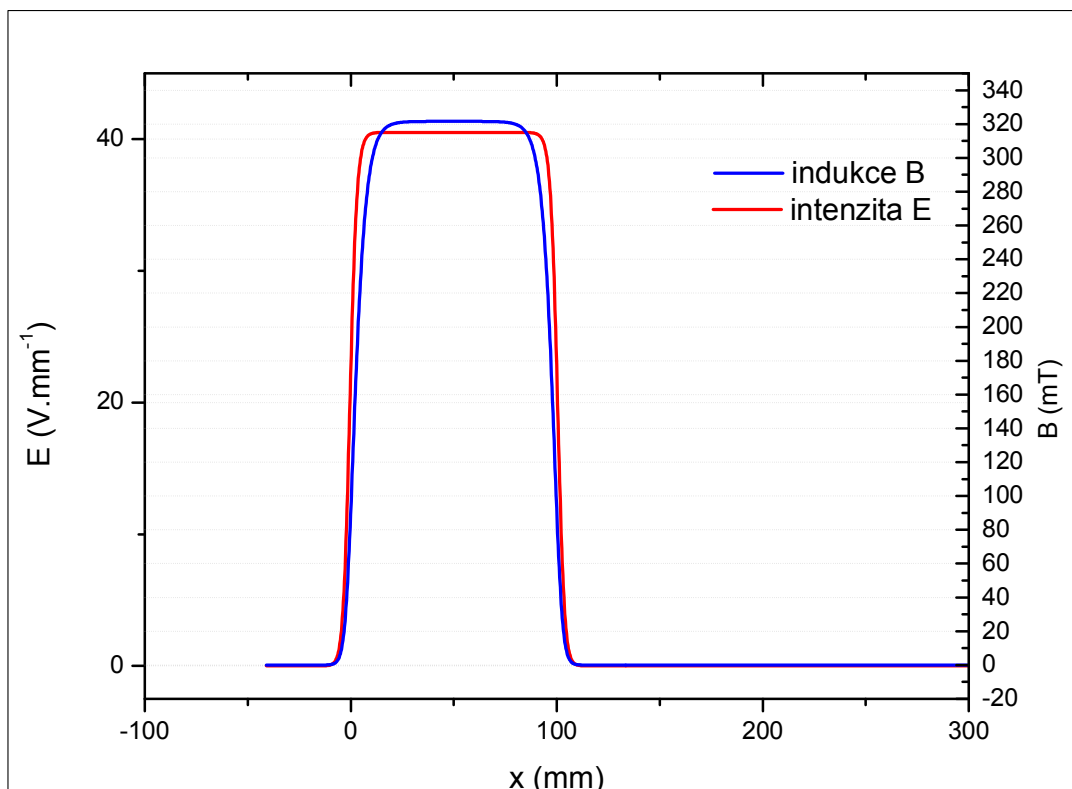
3.2.1 Osové průběhy elektromagnetického pole ve Wienově filtru

Byly simulovány dva různé průběhy intenzity elektrického pole a dva průběhy indukce magnetického pole uvnitř Wienova filtru. Na obr. 10 je uvedena simulace pro sestavu s feritovými magnety a na obr. 11 je uvedena simulace pro sestavu s neodymovými magnety.



Obr. 10 - Průběh intenzity elektrického pole a indukce magnetického pole pro sestavu s feritovými magnety. Magnetická indukce na ose magnetů je 180 mT.

Z průběhu intenzity elektrického pole a magnetické indukce na ose Wienova filtru (obr. 10 a obr. 11) je zřejmé, že ve vstupní a výstupní oblasti Wienova filtru nejsou průběhy stejné. Stínící trubičkou vyrobenou z materiálu „permalloy“ bylo vytékání magnetické indukce potlačeno. Nicméně účinek této trubičky byl příliš silný, a proto magnetická indukce začala klesat ještě před hranami magnetů. Došlo tím k rozdílnému průběhu polí ve vstupní a výstupní oblasti filtru. Síly elektrického a magnetického pole působící na iont v těchto místech proto nejsou vyrovnány a neplatí ani Wienova podmínka (2.2). Tento jev nežádoucím způsobem ovlivňuje svazek iontů procházející filtrem.

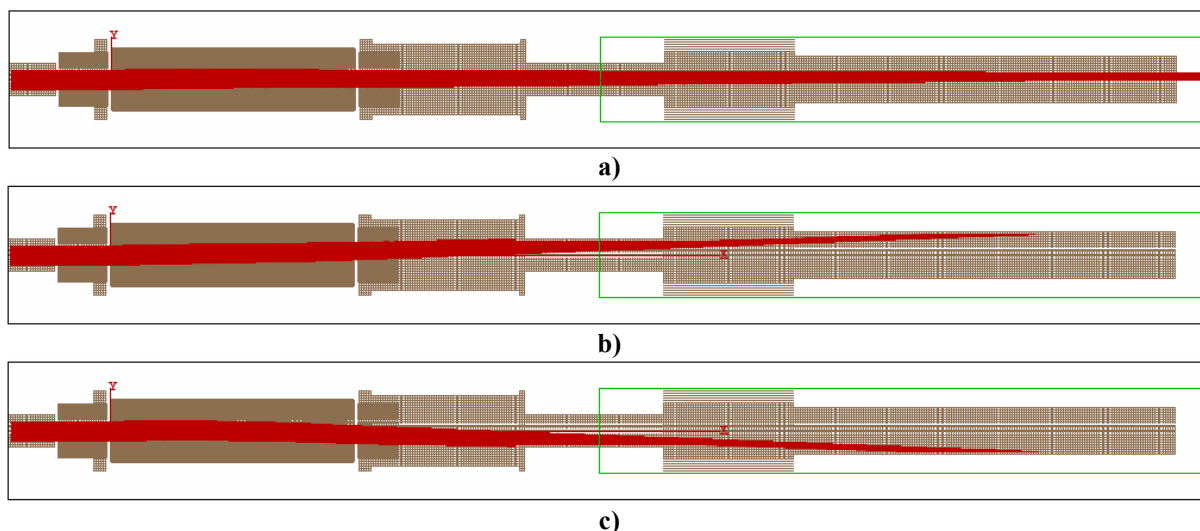


Obr. 11 - Průběh intenzity elektrického pole a indukce magnetického pole pro sestavu s neodymovými magnety. Magnetická indukce na ose magnetů je 320 mT.

3.2.2 Separační účinek na svazky částic

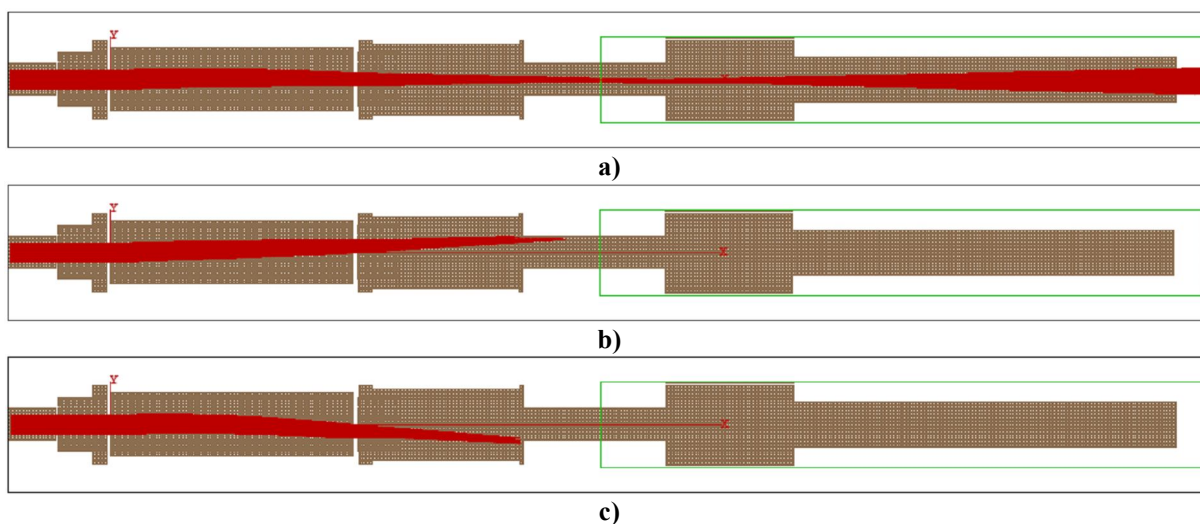
Trajektorie iontového svazku pro ionty o různé hmotnosti jsou uvedeny na obr. 12 a 13. Na obr. 12 je uvedena simulace pro sestavu s feritovými magnety s indukcí magnetického pole na ose $B=180$ mT. Průlet iontového svazku Wienovým filtrem je simulován pro iontový svazek molekul dusíku N_2^+ , protože při ionizaci plynu ve výbojové komoře iontového zdroje je výrazně vyšší pravděpodobnost vzniku molekulárního iontu N_2^+ než atomárního iontu N_2^+ . Při nastavení parametrů filtru na průlet atomárního iontu N_2^+ se zmenší proud ve svazku o více než 90 %.

V dalších částech práce je proto simulován kromě průletu molekulárních iontů dusíku také průlet iontů kyslíku. Tyto kyslíkové ionty jsou společně s uhlíkem nejčastější příměsí ve svazcích. Ion o relativní atomové hmotnosti $A_r(C_2)=24$ byl volen symetricky vůči molekulárnímu iontu kyslíku ($A_r(O_2)=32$, $A_r(N_2)=28$). Hmotnostně by odpovídal molekulárnímu uhlíku C_2 , který se ve svazcích nevyskytuje. Atomární uhlík ($A_r(C)=12$), který je častým znečišťujícím prvkem v iontových svazcích, je hmotnostně vzdálen molekulárnímu dusíku a ze svazku je Wienovým filtrem bez problémů separován.



Obr. 12 - Boční pohled na simulovanou část optické větve, v níž se nachází Wienův filtr pro uvedenou konfiguraci. Pro ionty a) N_2^+ b) O_2^+ c) C_2^+

Z obr. 11 je patrné, že magnetické pole Wienova filtru o indukci $B=180$ mT s napětím na elektrostatických destičkách $U=246$ V dusíkový svazek od nežádoucích nečistot separovalo. Simulace počítala s konstantní kinetickou energií prolétávajících iontů, která však ve skutečnosti konstantní nebyla. Jak se ukázalo i z pozdějších experimentálních výsledků, míra separace Wienova filtru v sestavení s feritovými magnety byla nedostatečná (viz 3.3.2). Proto byla simulována druhá sestava s později zakoupenými neodymovými magnety s indukcí magnetického pole na ose $B=320$ mT. Tato simulace je uvedena na obr. 13.



Obr. 13 - Boční pohled na simulovanou část optické větve, v níž se nachází Wienův filtr pro uvedenou konfiguraci. Pro ionty a) N_2^+ b) O_2^+ c) C_2^+

Podle provedené simulace zobrazena na obr. 13 bylo zřejmé, že Wienův filtr s indukcí magnetického pole $B=320$ mT výrazněji separoval nežádoucí příměsi ze svazku. Defokuse v případě 13 a) nepředstavovala problém, protože v simulaci nebyly zahrnuty následné fokusační čočky, které iontový svazek dále fokusují.

3.3 Proudové charakteristiky iontového svazku

Proudový profil je jednou ze základních charakteristik iontového svazku. V této práci pracujeme s dvěma druhy proudových charakteristik. První poskytuje informaci o prostorovém rozložení iontového proudu v rovině kolmé na osu iontového svazku. Profil svazku má vliv na homogenitu deponované ultratenké vrstvy, proto je žádoucí dosáhnout konstantní hustoty proudu v místech dopadu iontů na substrát. V reálných podmínkách bývá profil přibližně gaussovského tvaru. Z důvodu působení elektrické a magnetické síly ve Wienově filtru, které nepůsobí válcově symetricky, je profil svazku vylétajícího z Wienova filtru nesymetrický.

Druhým typem nazýváme hmotnostním proudovým profilem, který nám dává informaci o hmotnostním složení iontového svazku a tím také o míře separace Wienovým filtrem. V tomto případě je stínící otvor Faradayovy sondy v neměnné poloze vůči ose iontového děla. Wienův filtr lze naladit tak, aby propouštěl vždy ionty určitého prvku a ostatní vychyloval z přímého směru. Toto ladění vychází z Wienovy hmotnostní podmínky (2.2), která vyjadřuje rovnost magnetické a elektrické síly uvnitř Wienova filtru pro iont o určité rychlosti.

Napětí na elektrostatických deskách Wienova filtru lze přibližně vyjádřit vztahem

$$U = Ed, \quad (3.1)$$

kde E je intenzita elektrického pole mezi elektrodami Wienova filtru a d je jejich vzdálenost. Kinetickou energii částice vyjádřenou v jednotkách eV můžeme za využití (2.3) zapsat ve tvaru

$$E_k = eU_A = \frac{1}{2} m \frac{E^2}{B^2}, \quad (3.2)$$

kde U_A je urychlovací napětí iontů do Wienova filtru a m hmotnost příslušného iontu, vyjádřená vztahem

$$m = m_u M. \quad (3.3)$$

Ve vztahu m_u je atomová hmotnostní jednotka a M je relativní molekulová hmotnost iontu. Po dosazení vztahu (3.3) do rovnice (3.2) a po následných úpravách dostáváme rovnici vyjadřující napětí, které je nutno nastavit mezi desky Wienova filtru pro iont určitého prvku.

$$U = \sqrt{\frac{2eU_A B^2 d^2}{M m_u}}. \quad (3.4)$$

Z podmínky (3.4) lze odvodit podmínku pro průlet iontu o dané hmotnosti

$$M = \frac{2ed^2 U_A B^2}{m_u U^2}. \quad (3.5)$$

Při měření hmotnostního proudového profilu postupujeme tak, že měníme napětí na elektrodách Wienova filtru a zaznamenáváme iontový proud na Faradayově sondě. Vykreslením závislosti $I=f(U)$ dostáváme křivku s několika píky, které odpovídají iontům dané hmotnosti (viz vztah 3.5).

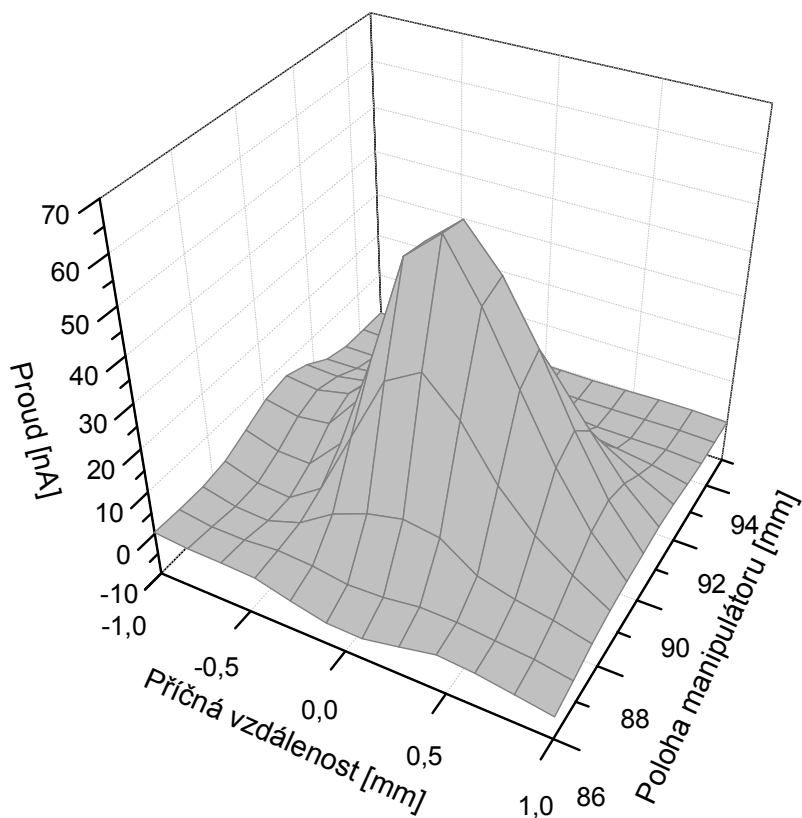
Porovnání píků odpovídajících daným prvkům dává základní představu o schopnosti filtru tyto prvky od sebe oddělit. Separace Wienova filtru bude lepší, když mezi maximy proudu jednotlivých iontů bude vždy znatelný pokles nebo když budou píky od sebe odděleny. Při dokonalé separaci, by pokles měl být vždy až na nulu. V našich podmínkách toho bohužel pro

hmotnostně blízké prvky nemůžeme dosáhnout. Je to způsobeno především tím, že Wienova podmínka je pro ionty ve svazku splněna přesně pouze na ose aparatury. Ionty letící mimo osu prolétávají filtr s jinou rychlostí (z důvodu rozložení potenciálu elektrického pole uvnitř filtru) a proto jsou ze svazku také mírně vychylovány. Očekáváme proto, že hodnota proudu nikdy neklesne na nulovou hodnotu, ale vždy jen na nějakou minimální. Což bude hodnota proudu od iontů letících mimo tuto osu nebo proud od iontů jiných prvků.

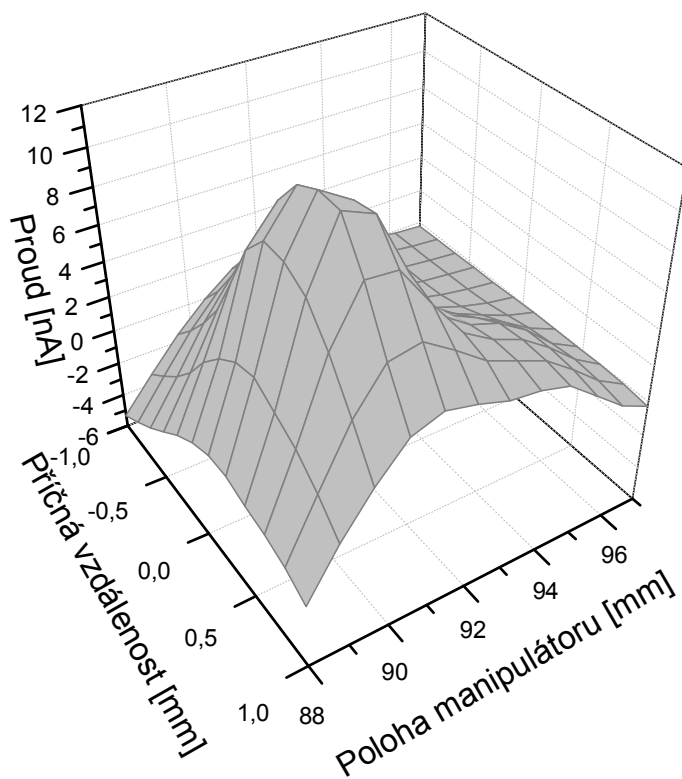
Poměr iontů nečistot v iontovém svazku byl velmi malý vůči iontům pracovního plynu a nebylo by možné je detekovat Faradayovou sondou. Pro analýzu byla proto použita směs pracovního plynu a plynu nečistot. Pro depozice je využíván jako pracovní plyn nejčastěji dusík, pro analýzu ionty vzácných plynů, například argon, helium a další. Při depozicích jsou ve svazku nežádoucí především atomy nebo molekuly kyslíku a uhlíku a jejich sloučeniny. Další možností srovnání je také rozdíl mezi grafy při magnetickém obvodu s feritovými magnety a magnetickém obvodu s neodymovými magnety. Pro porovnání bude důležitá minimální hodnota, na kterou proud klesne v místě přechodu mezi dvěma píky.

3.3.1 Plošné proudové profily svazku

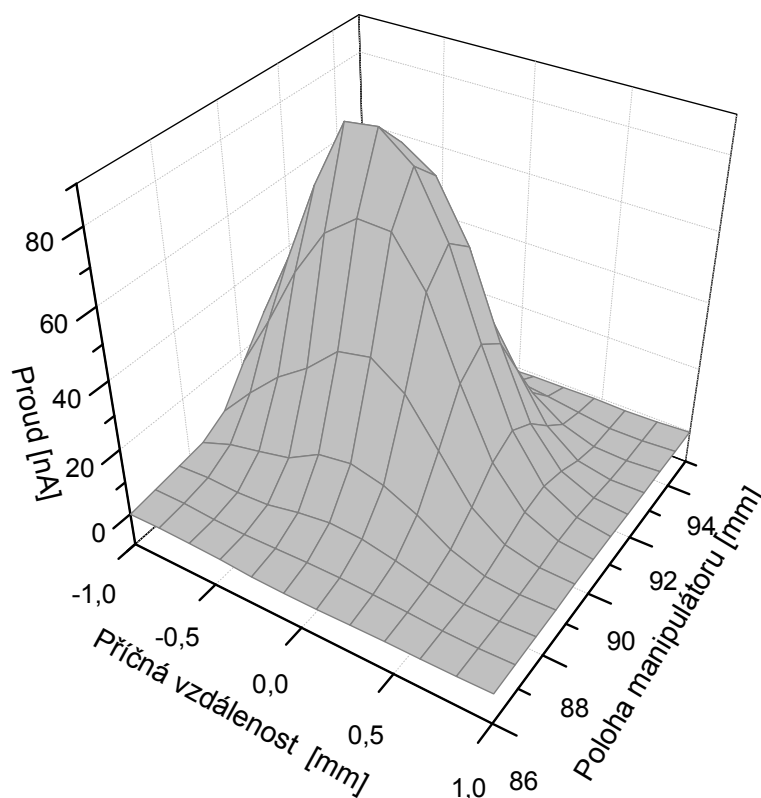
V této části bakalářské práce byla pozornost zaměřena na tvar proudového profilu iontového svazku. Tvar svazku vypovídá o míře deformace svazku uvnitř Wienova filtru a v ostatních částech iontového děla a dále o očekávaných parametrech při depozičních experimentech (např. rychlost růstu a nehomogenita vrstev). K jeho měření byla využita nově navržená Faradayova sonda (viz kapitola 4). Díky možnosti nastavování polohy vstupního otvoru v průřezu iontového svazku bylo možno s určitou přesností zrekonstruovat plošný proudový profil svazku. Pro nastavení pozice vstupního otvoru byl využit program pro nastavení polohy Faradayovy sondy, vytvořený v rámci bakalářské práce pro použití s popisovanou Faradayovou sondou. Aby byla měřená data vzájemně porovnatelná, bylo měřeno ve stejných pozicích. Pro porovnání jsou na obr. 14, 15 a 16 uvedeny dva druhy plošných profilů dusíkového iontového svazku lišící se použitými permanentními magnety a jeden profil argonového iontového svazku.



Obr. 14 - Prostorově vyjádřený proudový profil dusíkového iontového svazku s feritovými magnety



Obr. 15 - Prostorově vyjádřený proudový profil dusíkového iontového svazku s nedomovými magnety

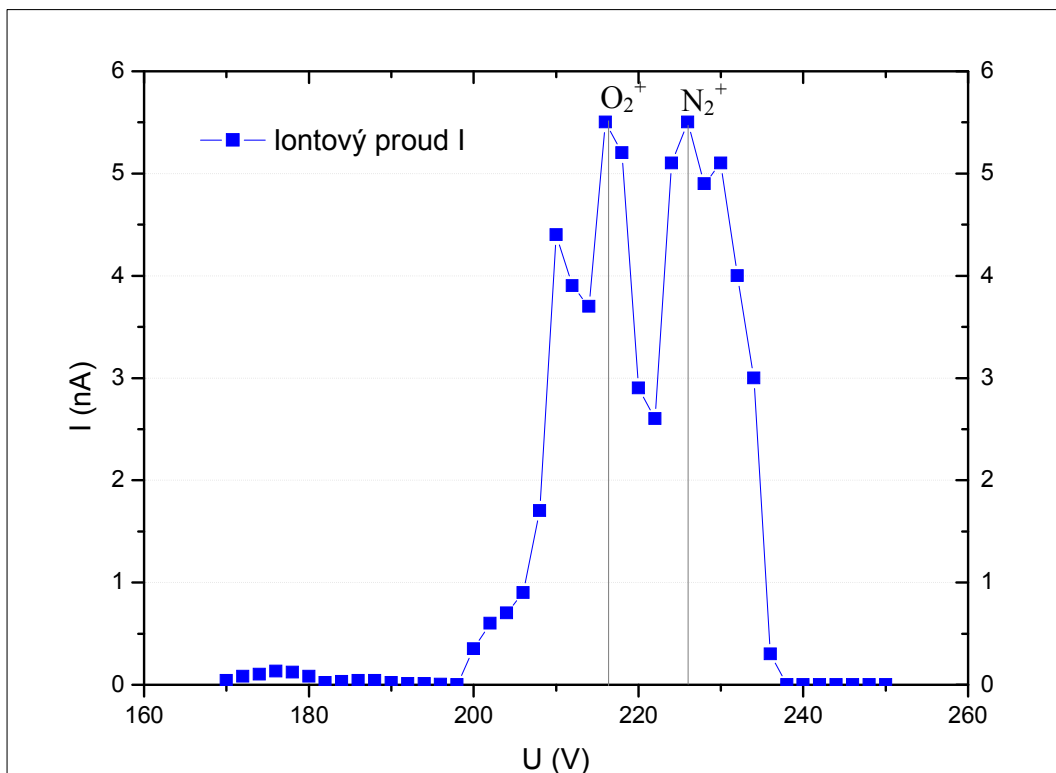


Obr. 16 - Prostorově vyjádřený proudový profil iontového svazku Ar a CO₂ s feritovými magnety, Wienův filtr byl naladěn na Ar.

Všechny tři plošné proudové profily iontových svazků uvedené na obrázcích 14, 15 a 16 mají podobný tvar. Měřítko příčné vzdálenosti a polohy manipulátoru v grafech nejsou stejná. Proto byly ve skutečnosti tvary plošných proudových profilů zploštělé. Deformace je zřejmě důsledkem působení Wienova filtru, ve kterém působí na svazek síly pouze v jednom směru a tím je svazek deformován.

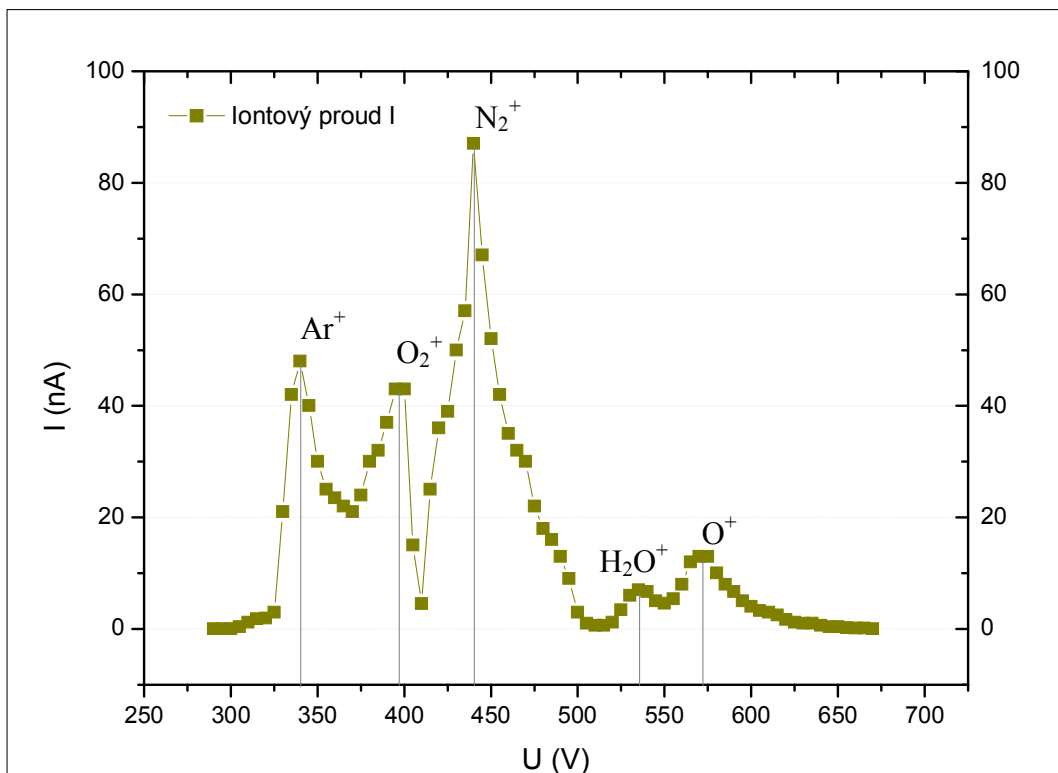
3.3.2 Hmotnostní proudový profil

Výsledky měření hmotnostních proudových profilů jsou uvedeny na následujících obrázcích. Jedná se jak o samostatné plyny, tak o směs dvou různých plynů. Některé grafy jsou měřeny pro feritové a některé pro neodymové magnety. Jednou z kombinací je měření hmotnostního proudového profilu směsi plynů kyslíku a dusíku. Kyslík ve své molekulární podobě O₂ je hmotnostně blízko molekule N₂. Proto je separace O₂ Wienovým filtrem velmi citlivá na přesné nastavení parametrů filtru. Na obr. 17 je hmotnostní proudový profil iontového svazku směsi plynů při použití feritových magnetů v magnetickém obvodu filtru. Na obr. 18 je pro porovnání stejná kombinace plynů při použití neodymových magnetů. Rozdílné hodnoty napětí na x-ové ose v grafech jsou způsobeny rozdílným druhem magnetů podle vztahu (3.4). Na obrázcích jsou vyneseny význačné píky. Každý pík se skládá ze dvou maxim a přibližně představuje řez iontového svazku ve svislé ose.



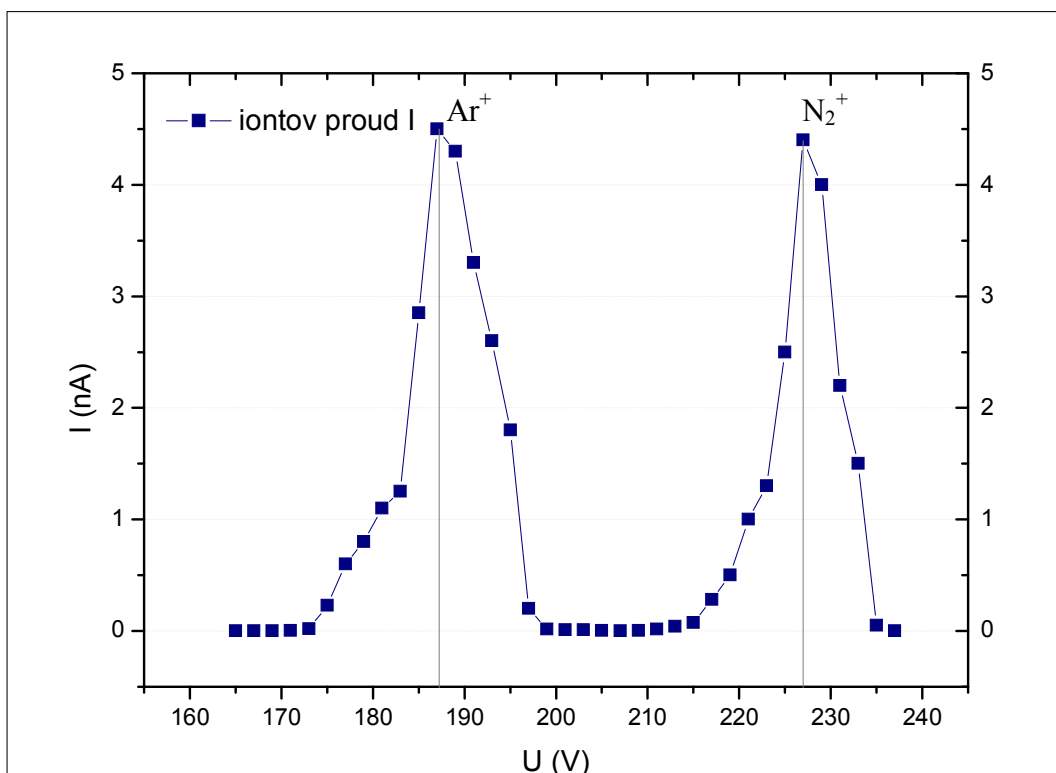
Obr. 17 - Hmotnostní proudový profil směsi plynů O a N. Při měření byly použity feritové magnety.

Míra separace Wienovým filtrem s feritovými magnety o indukci magnetického pole $B=180$ mT uvedená na obr. 16 byla menší než pro sestavu s neodymovými magnety o indukci $B=320$ mT uvedené na obr. 18. Nejlépe ji bylo možné posoudit z poklesu iontového proudu mezi význačnými píky jednotlivých iontů N_2^+ a O_2^+ . Při depozicích za použití dusíku jako pracovního plynu je kyslík jedním z nejvýznamnějších nečistot. Výška píků udávající maximum iontového proudu pro daný prvek není v těchto případech srovnatelná, protože jsme nebyli schopni zajistit stejný poměr plynů při jednotlivých měřeních. V grafu na obrázku 18 se objevil význačný pik argonu, který se do iontového zdroje dostal pravděpodobně z nedostatečně vyčerpaného rozvodu plynů.



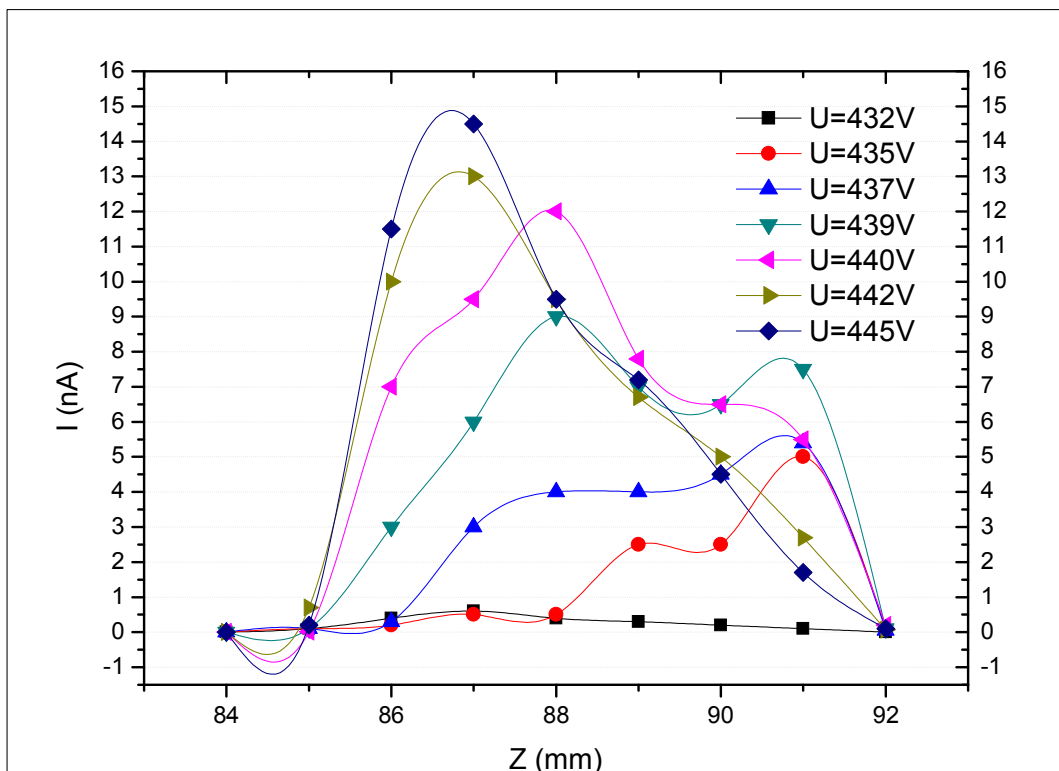
Obr. 18 - Hmotnostní proudový profil kombinace plynů O a N. Při tomto měření byly použity neodymové magnety.

Pokud bychom potřebovali separovat pouze prvky, které mají velký hmotnostní rozdíl (např. argon a dusík na obr. 19), stačil by nám Wienův filtr v sestavení s feritovými magnety. V praxi, např. při depozičních procesech, má však větší význam separace kyslíku od dusíku. Proto je v těchto případech vhodné použít Wienův filtr v konfiguraci s neodymovými magnety.

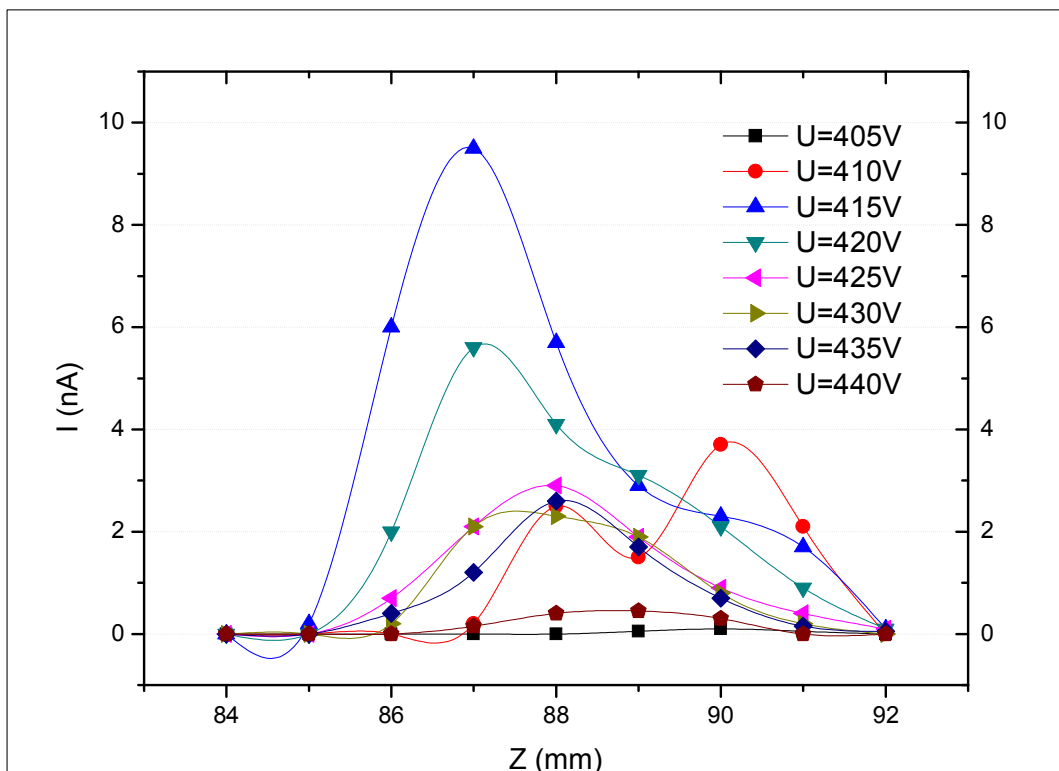


Obr. 19 - Hmotnostní proudový profil kombinace plynů Ar a N. Při tomto měření byly použity feritové magnety.

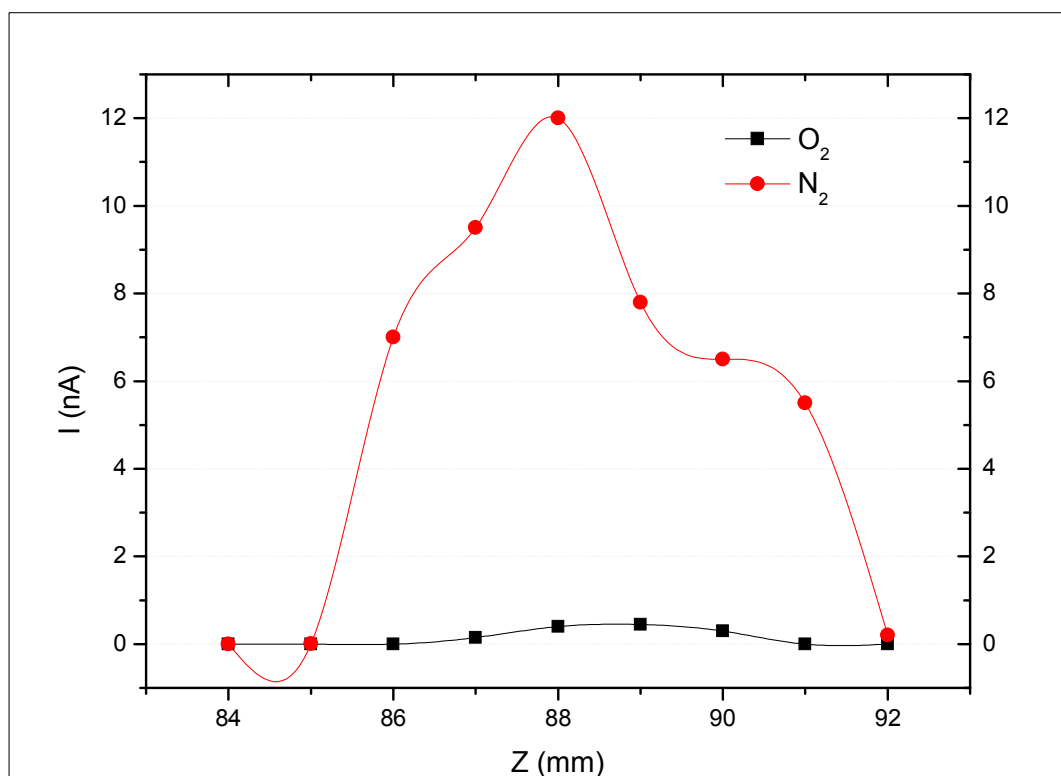
Další možností, jak určit míru separačního účinku Wienova filtru bylo sledování proudového profilu konkrétních prvků při malých změnách napětí. Při experimentu jsme sledovali píky odpovídající směsi dusíku a kyslíku. Díky tomu, že oba ionty jsou hmotnostně blízko sebe, jsme mohli pozorovat při průběžných změnách napětí vzájemný posun a tvar proudových profilů v depoziční komoře. Pro určitou hodnotu napětí je již iontový svazek natolik vychýlen, že se ořezává o elektrody iontového děla a snižuje se celkový proud v depoziční komoře (viz obr. 20 a 21).



Obr. 20 – Proudové profily dusíkového iontového svazku pro různá napětí na Wienově filtru.



Obr. 21 - Proudové profily kyslíkového iontového svazku pro různá napětí na Wienově filtru.



Obr. 22 – Pronikání nečistot – kyslíku do dusíkového iontového svazku.

Na obr. 22 je uvedeno porovnání separačního účinku pro napětí $U=440$ V pro iontový svazek tvořený kyslíkovými a dusíkovými ionty. Díky stejnému napětí vidíme, jaký je poměr iontů kyslíku a dusíku v iontovém svazku při stejných parciálních tlacích směsi plynů v plazmatické komoře iontového zdroje. Z porovnání hodnot z grafu na obr. 22 je patrné, že naprostá většina kyslíku je ze svazku vyvedena a do depoziční komory se dostává pouze malá část (několik procent). Z hlediska skutečnosti, že pro depozice pomocí iontového děla se používají plyny s čistotou nejméně 99,999 %, Wienův filtr snižuje obsah nečistot přibližně o dva řády. Z těchto důvodů lze považovat separační účinek Wienova filtru za dostatečný.

4. Princip Faradayovy sondy

Při studiu vlastností Wienova filtru je jednou z určujících charakteristik proudový profil iontového svazku měřený za Wienovým filtrem. V našem případě je možné proudový profil měřit až v depoziční komoře na konci dráhy letu svazku, kde je již tvar svazku ovlivněn fokusačními a vychylovacími elektrodami za filtrem. Profil se získává měřením iontového proudu v jednotlivých místech svazku Faradayovou sondou (Faraday cup).

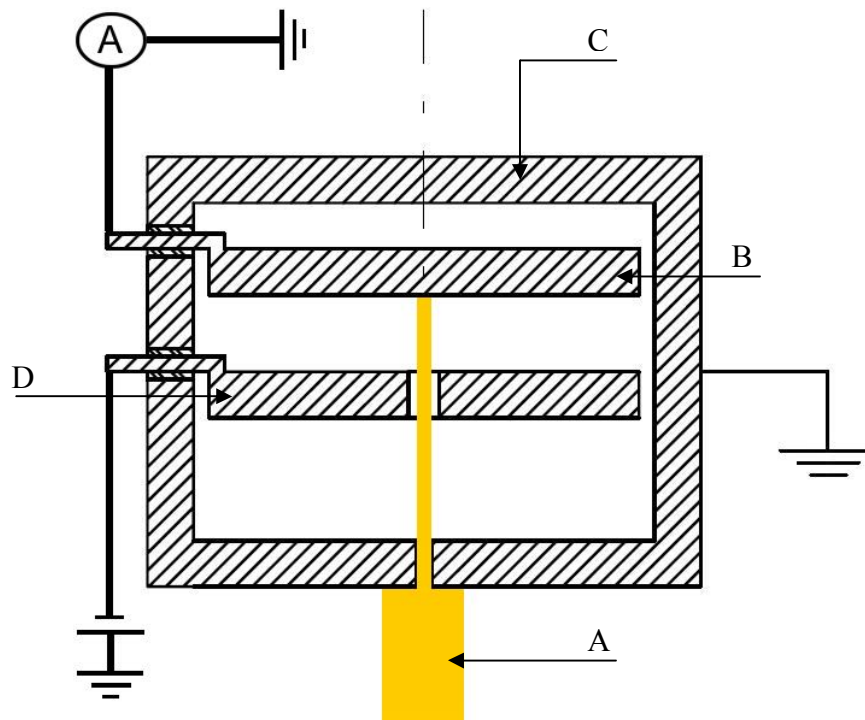
4.1 Teorie Faradayovy sondy

Faradayova sonda je zařízení určené pro měření proudu ve svazcích nabitých částic ve vakuu. Faradayova sonda se skládá ze tří částí. První část kryt, je vodivě spojen se zemí a v přední části obsahuje otvor s přesně definovanými rozměry. Kryt obaluje celou Faradayovu sondu a jediný přístup dovnitř vede přes vstupní otvor v přední části. Přes něj dovnitř sondy prochází malá část svazku, která dopadá na sběrnou elektrodu. Abychom mohli získat proudový profil svazku, musíme vždy měřit jenom jeho malou část. Z těchto změřených oblastí pak můžeme zrekonstruovat proudový profil svazku.

Druhou částí Faradayovy sondy je sběrná elektroda – kolektor, která slouží k zachycení nabitých částic. Kolektor (sběrná elektroda) je propojen s ampérmetrem, přes který je náboj z elektrody odváděn do země. Ampérmetr tak měří proud nábojů (v našem případě iontů) procházejících přes malou plochu vymezenou otvorem v krytu dovnitř sondy. Většinou jsou tyto proudy značně malé a je tedy nutno využít velmi citlivý nano či pikoampérmetrů. Na kolektoru dochází k negativnímu jevu z hlediska měření a tím je vyražení sekundárních elektronů nabitými ionty. Z tohoto důvodu je ve Faradayově sondě umístěna ještě třetí část.

Třetí částí je odpuzovací elektroda - repeller. Je umístěn mezi krytem a kolektorem. Obsahuje otvor o průměru větším než je průměr vstupního otvoru v krytu. Otvorem prochází svazek nabitých částic do kolektoru. Repeller je připojen na záporné napětí, čímž odpuzuje sekundárně emitované elektrony a vrací je zpět na sběrnou elektrodu. Pokud by se v sestavě Faradayovy sondy repeller nenacházel, odcházející sekundární elektrony by zvětšovaly měřený proud a zkreslovaly tím měření.

Všechny tři části sondy musí být vzájemně odizolovány. Základní představu o sestavě Faradayovy sondy nám poskytne její schéma na obr. 23.



Obr. 23 - Schéma Faradayovy sondy, A – iontový svazek, B – kolektor připojený na Ampérmetr, C – uzemněný kryt sondy, D – repeller připojený na kladný potenciál

V repelleru musí být umístěn otvor s větším průměrem, než je vstupní otvor v clonícím krytu. Otvory musí být umístěny souose. Vzhledem k energii sekundárních elektronů, která se obvykle pohybuje maximálně do několika desítek eV, stačí, když záporné napětí přivedené na repeller bude o něco vyšší než tato hodnota. V našich experimentech byl používán citlivý pikoampérmetr Keithley 485. Ze znalosti velikosti otvoru v clonící destičce je možno určit hustotu proudu v daném místě svazku.

$$j = \frac{4I_F}{\pi d^2}, \quad (4.1)$$

kde d je průměr otvoru ve vstupní destičce a I_F je proud měřený Faradayovou sondou. Změnou polohy sondy a opakováním měření lze v závislosti na pohyblivosti sondy ve vakuové komoře trasovat celý iontový svazek v rovině napříč dráhy letu iontů. Získaná data dávají představu o celkovém proudovém profilu svazku.

Z důvodu velmi malých měřených proudů a elektromagnetickému rušení z okolního prostředí je třeba dbát na dobré propojení kolektoru s pikoampérmetrem.

4.2 Návrh

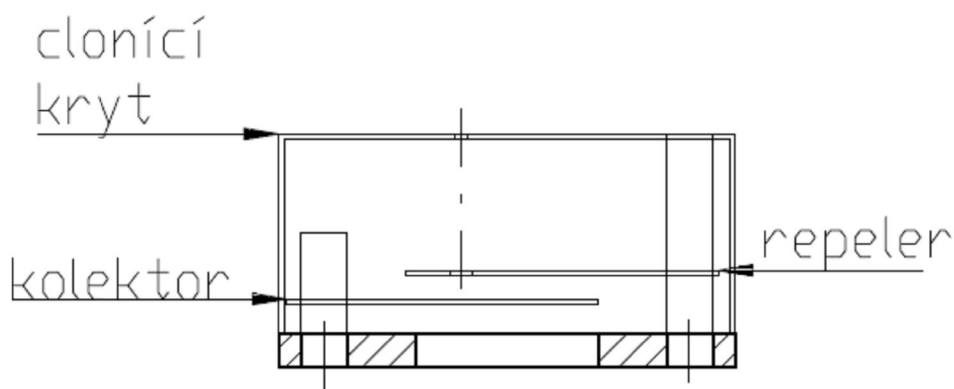
V ultra-vakuové komoře nynější aparatury byla Faradayova sonda již zabudována. Je popsána v [8]. Byla uchycena na držáčku, který je připevněn k manipulátoru asi 40 mm pod držákem vzorků. Sonda neměla přesně definovanou polohu vůči vzorku a neumožňovala měřit mimo svislou osu manipulátoru. Sondou nebylo možné zajistit definovaný pohyb a získat přesný proudový profil v oblasti, kde se při depozičních experimentech obvykle nachází zkoumaný vzorek.

Bylo zřejmé, že pro podrobnější studium vlastností Wienova filtru bude vhodné zkonstruovat novou Faradayovu sondu, u které bychom zajistili definovaný pohyb i mimo svislou osu manipulátoru. K tomuto účelu je možné využít otáčivý pohyb držáku paletek kolem normály. Jako výchozí stavební prvek našeho návrhu byla proto použita paletka (obr. 24), která slouží k uchycení vzorků při depozičních tenkých vrstev a jejich analýze. Paletka byla pro nás výhodná, protože měla tři vzájemně izolované kotvící kolíky propojené přes manipulátor na vnější kontakty aparatury.



Obr. 24 - Základna paletky pro ultra-vakuový systém

V návrhu jsme využili všechny tři kotvící kolíky. První slouží k uzemnění clonícího krytu, druhý pro přívod záporného napětí na odpuzovací elektrodu a třetí spojuje kolektor s pikoampérmetrem pro měření iontového proudu I_F . Na obr. 25 je znázorněn řez navržené Faradayovy sondy.



Obr. 25 - Schématický náčrt navržené Faradayovy sondy

Manipulátor umožňuje definovaně pouze svislý posuv paletky. Při horizontálním pohybu pomocí mikrometrického šroubu sonda opisuje kružnici o velkém poloměru a pohyb je navíc spojen s velkou vůlí v zavěšení držáku paletky. Tyto okolnosti přispívají k nedostatečně definovanému pohybu sondy. Podmínka vyplývající z nedostatků dosud užívané Faradayovy sondy pro novou sondu je ta, abychom dokázali měřit proudové profily v rovině kolmé na dopadající svazek i mimo svislou osu manipulátoru.

Pro možnost měření proudových profilů i mimo svislou osu jsme umístili vstupní otvor na clonícím krytu sondy excentricky. Vzhledem k maximálnímu předpokládanému rozměru svazku kolem 1 cm^2 je tato excentricita dostatečná. Zajistí nám pokrytí velké části svazku, přičemž na okrajích svazků jsou proudy většinou velmi malé, až neměřitelné. Z konstrukčních důvodů byla zvolena vzdálenost 4,2 mm od geometrického středu sondy. Otáčením Faradayovy sondy se otvor vychyluje horizontálně i vertikálně v závislosti na úhlu natočení. Při současném posunu ve svislé ose manipulátoru tak lze pokrýt plochu svazku. Kvůli jednoduchosti nastavení byl sestaven program pro rychlou orientaci, jehož hlavní okno je uvedeno na obr. 26.

Pro výrobu Faradayovy sondy byl z důvodu dostupnosti využit nerezový plech o tloušťce 0,5 mm. Kvůli prostorovému omezení danému velikostí paletky by byl vhodnější tenčí plech (např. 0,1 mm). Tento plech by byl lépe tvarovatelný a nebyl by prostorově limitujícím prvkem při konstrukci sondy. Výsledná Faradayova sonda je znázorněna na obr. 27, pro větší názornost bez clonícího krytu i s krytem.

Faradayova sonda - výpočet polohy

úhel (°)	úhel (rad)	X-ová složka	Y-ová složka
5	0,1	0,37	4,18
10	0,2	0,73	4,14
15	0,3	1,09	4,06
20	0,3	1,44	3,95
25	0,4	1,77	3,81
30	0,5	2,10	3,64
35	0,6	2,41	3,44
40	0,7	2,70	3,22
45	0,8	2,97	2,97
50	0,9	3,22	2,70
55	1,0	3,44	2,41
60	1,0	3,64	2,10
65	1,1	3,81	1,77
70	1,2	3,95	1,44
75	1,3	4,06	1,09
80	1,4	4,14	0,73
85	1,5	4,18	0,37
90	1,6	4,20	0,00
95	1,7	4,18	-0,37
100	1,7	4,14	-0,73
105	1,8	4,06	-1,09
110	1,9	3,95	-1,44
115	2,0	3,81	-1,77
120	2,1	3,64	-2,10
125	2,2	3,44	-2,41
130	2,3	3,22	-2,70
135	2,4	2,97	-2,97
140	2,4	2,70	-3,22
145	2,6	2,41	-3,44
150	2,6	2,10	-3,64
155	2,7	1,77	-3,81
160	2,8	1,44	-3,95
165	2,9	1,09	-4,06
170	3,0	0,73	-4,14
175	3,1	0,37	-4,18
180	3,1	0,00	-4,20

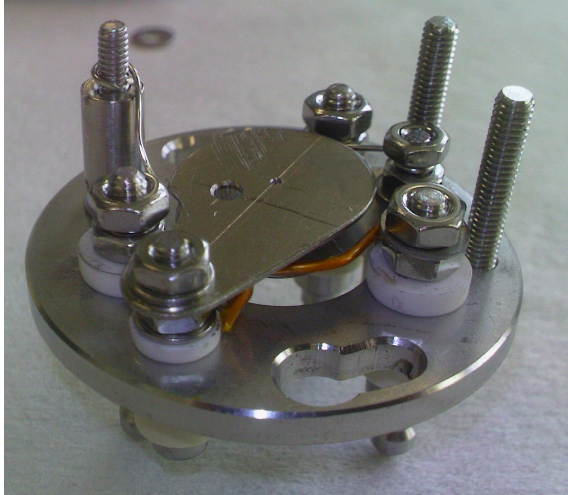
zadej úhel natočení:
(ve stupních)

X-ová složka:

Y-ová složka:

made by Vitezslav Joch

Obr. 26 - Program pro výpočet polohy vstupního otvoru sondy



a)



b)

Obr. 27 - Faradayova sonda a) bez clonícího krytu b) v kompletním sestavení

5. Závěr

V rámci předkládané bakalářské práce jsme sestavili magnetický obvod Wienova filtru, jehož návrhem se v diplomové práci zabýval Josef Pokorný [1]. Oproti předpokladům při návrhu obvodu byla magnetická indukce na ose filtru v původní konfiguraci s feritovými magnety nedostatečná. Přispěl k tomu i nevhodný tvar zkosených nástavců na koncích jha magnetů. Proto jsme zakoupili silnější neodymové magnety. Zbylou část magnetického obvodu bylo nutné z důvodů jiných rozměrů nových magnetů a odstranění zkosených nástavců konstrukčně přizpůsobit. Po těchto úpravách jsme přistoupili k měření charakteristik Wienova filtru. Z dosažených výsledků vyplývá, že neodymové magnety vytvářejí dostatečně silné magnetické pole pro odstranění nežádoucích příměsí ze svazku. Pro měření proudových profilů mimo svislou osu manipulátoru bylo nutno sestrojít Faradayovu sondu. Díky možnosti natáčení sondy kolem normály držáku paletek nám sonda nabízí větší možnosti při měření proudových profilů iontových svazků.

Při měření charakteristik Wienova filtru byla rovněž formulována nová nastavení napětí na elektrodách iontového děla pro použití s Wienovým filtrem s magnetickým obvodem s neodymovými magnety.

Literatura:

- [1] Pokorný J.: *Diagnostika a optimalizace parametrů Wienova filtru pro hmotnostní separaci*, diplomová práce, Brno (2007).
- [2] Šikola T., Lopour F., Spousta J., Dub P., Zlámal J., Klimeš Z., Kalousek R., Nebojsa A., Lencová B., *Design of UHV apparatus for low energy ion beam thin film deposition and in situ thin film analysis*, v: H. J. Mathieu, B. Reihl, D. Briggs, ECASIA 95. 1st, Chichester: John Wiley & Sons, 1011 (1995).
- [3] Seliger R. L.: E'B Mass-Separator Design. *J. Appl. Phys.*, 1972, vol. 43, no. 5, s. 2352-2357.
- [4] Tsuno K., Terauchi M., Tanaka M.: Electron trajectory calculation of a stigmatic-focus Wien filter for electron energy loss spectroscopy I. *Optic*, 1988, vol. 78, no. 2, s. 71-77. ISSN 0030-4026.
- [5] Tsuno K., Terauchi M., Tanaka M.: Electron trajectory calculation of a stigmatic-focus Wien filter for electron energy loss spectroscopy II. *Optic*, 1987, vol. 80, no. 4, s. 149-154. ISSN 0030-4026.
- [6] Tsuno K., Terauchi M., Tanaka M.: Electron trajectory calculation of a stigmatic-focus Wien filter for electron energy loss spectroscopy III. *Optic*, 1989, vol. 83, no. 3, s. 77-84. ISSN 0030-4026.
- [7] Lencová B., Lenc M.: Optika iontových svazků. In *Metody analýzy povrchů*. Ed. Frank L., Král J. Praha: Academia, 2002. S. 65–103. ISBN 80-200-0594-3.
- [8] Voborný S.: *Diagnostika parametrů fokusovaného iontového svazku v UVV zařízení pro depozici a analýzu tenkých vrstev*, diplomová práce, Brno (1998).