

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta strojního inženýrství

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Brno 2019

Daniel Šimek



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

OPTIMALIZACE ZAŘÍZENÍ PRO PŘÍPRAVU GAN NANOSTRUKTUR

OPTIMIZATION OF DEVICES FOR DEPOSITION GAN NANOSTRUCTURES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Daniel Šimek

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jindřich Mach, Ph.D.

BRNO 2019

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Daniel Šimek**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce: **Ing. Jindřich Mach Ph.D.**
Akademický rok: 2018/19

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Optimalizace zařízení pro přípravu GaN nanostruktur

GaN je polovodič s přímým přechodem, který se jeví jako velmi perspektivní pro polovodičový průmysl. Tento materiál lze připravovat unikátní nízkoteplotní metodou, kdy spolu s atomárními svazky (Ga) interagují dusíkové ionty o nízké energii. Nízká teplota procesu umožňuje přípravu GaN nanostruktur vykazující zajímavé elektroemisioní vlastnosti. Student provede rešeršní studii polovodičových nanostruktur vhodných pro opticky spínanou elektronovou emisi. Navíc navrhne optimalizaci doposud užívaného zařízení umožňující automatizovat proces sekvenční depozice GaN nanostruktur. Užitím iontových a atomárních svazků připraví GaN nanokrystaly za různých fyzikálních podmínek (teplota substrátu, energie iontů,...) vhodných pro studium studené emise elektronů.

Cíle bakalářské práce:

- 1) Provést rešeršní studii nanostruktur vhodných pro opticky spínanou elektronovou emisi.
- 2) Provést návrh optimalizace zařízení umožňující automatizovat proces sekvenční depozice GaN nanostruktur.
- 3) Provést depozici GaN nanokrystalů za různých fyzikálních podmínek (teplota substrátu, energie iontů,...).

Seznam doporučené literatury:

CHEN, H. CH., et al, Using an Au interlayer to enhance electron field emission properties of ultrananocrystalline diamond films, J. Appl. Phys. 112, 103711, 2012.

HASEGAWA, S., Growth and Characterization of GaN Nanostructures toward Electron Field Emitter Application, Japanese Journal of Applied Physics, 52, 110103, 2013.

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá automatizací zdrojů pro depozici GaN nanokrystalů užívaných na Ústavu fyzikálního inženýrství. V rámci práce byl navržen a zkonstruován mechanismus umožňující automatické ovládání clony galliové efuzní cely a řídicí elektronika obsahující komponenty umožňující automatické spínání iontově atomárního zdroje dusíkových iontů. Dále byly metodou molekulární svazkové epitaxe s asistencí iontového svazku IBA-MBE připraveny vzorky GaN nanokrystalů na čtyřech různých substrátech, které byly studovány z hlediska studené emise elektronů. V závěru práce jsou diskutovány výsledky měření.

KLÍČOVÁ SLOVA

GaN nanokrystal, emise elektronů, Fowler-Nordheimova teorie, koeficient zesílení pole

ABSTRACT

This bachelor thesis deals with the automation of sources for the deposition of GaN nanocrystals used at the Institute of Physical Engineering. For the purpose of the thesis, the mechanism of automatic control of the gallium effusion cell shutter was designed and constructed and the control electronics containing components enabling automatic switching of the ion atomic source of nitrogen ions. In addition, samples of GaN nanocrystals on four different substrates that were studied for cold electron emission were prepared by the method of ion beam assisted molecular beam epitaxy IBA-MBE. The results of the measurement are discussed in the conclusion.

KEYWORDS

GaN nanocrystals, electron emission, Fowler-Nordheim theory, field enhancement factor

Prohlášení

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma „Optimalizace zařízení pro přípravu GaN nanostruktur“ jsem vypracoval 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.

V Brně

.....

(podpis autora)

Poděkování

Děkuji Ing. Jindřichu Machovi Ph.D. za odborné vedení mé bakalářské práce. Dále chci poděkovat kolegům Jiřímu Severovi, Kubovi Novákovi, Petru Liškovi a Ing. Vojtovi Čalkovskému za pomoc při přípravě a analýze vzorků. V neposlední řadě děkuji své rodině a přítelkyni za podporu nejen při zpracování této práce, ale i během celého studia.

Obsah

Úvod.....	1
1 Nitrid gallia	3
1.1 Použití GaN.....	4
1.2 Příprava GaN struktur	5
1.2.1 IBA-MBE – molekulární svazková epitaxe s asistencí iontového svazku....	6
2 Emise elektronů.....	9
2.1 Fotoelektrický jev	10
2.2 Termoemise	10
2.3 Studená emise	12
2.3.1 Fowler-Nordheimova teorie	13
2.3.2 Charakteristika měřených polovodičových nanostruktur.....	13
2.3.3 Studená emise posílená světlem.....	15
2.4 Polovodičové nanomateriály s potenciálem pro opticky spínanou emisi	16
3 Automatizace zdrojů pro depozici nitridu gallia	19
3.1 Podmínky kladené na návrh automatického ovládání clony.....	19
3.2 Návrh ovládání clony efuzní cely	20
3.3 Návrh spínání iontově atomárního zdroje.....	23
3.4 Ovládací elektronika a software.....	25
3.4.1 Ovládací jednotka.....	26
3.4.2 Ovládání	27
4 Měření studené emise z gan krystalů	29
4.1 GaN na Cu fólii s grafenem	29
4.2 GaN na Cu fólii.....	31
4.3 GaN na Si substrátu s vrstvou SiO ₂ (285 nm) pokrytém grafenem	33
4.4 GaN na Si substrátu s nativní vrstvou SiO ₂ (2 nm) pokrytém grafenem	35
4.5 Měření studené emise	37
4.5.1 Studená emise – GaN na Cu fólii s grafenem	40
4.5.2 Studená emise – GaN na Si s vrstvou SiO ₂ (285 nm) pokrytém grafenem.	40
4.5.3 Studená emise – GaN na Si s vrstvou SiO ₂ (2 nm) pokrytém grafenem....	40
4.5.4 Studená emise – GaN na Cu fólii.....	41
Závěr	43

Seznam použité literatury	45
Seznam příloh	49

ÚVOD

Rozvoj technologií společně s lepším porozuměním vlastnostem elektronů, umožnil konstrukci zobrazovacích zařízení, jako je například rastrovací elektronový mikroskop, který pro analýzu vzorku používá svazek elektronů. Oproti optickým mikroskopům, běžně dosahujícím zvětšení 1 000x, jsou elektronové rastrovací mikroskopy schopny dosáhnout efektivního zvětšení až 1 000 000x. El. mikroskopie tak umožňuje mnohem detailnější analýzu vzorků a studium tenkých vrstev, užívaných v široké škále aplikací. Největším omezením rozlišení elektronových mikroskopů je velikost stopy elektronového svazku. Pro zlepšení rozlišení je potřeba zdroj elektronů s co nejmenší emisní plochou schopný emitovat vysoké proudy. Má se za to, že zdroj na principu studené emise elektronů by právě tyto požadavky mohl splnit.

Z tohoto důvodu jsme se zabývali studiem charakteristik studené emise elektronů z GaN nanostruktur. V první kapitole této práce jsou popsány vlastnosti a aplikace GaN, a jsou zde stručně uvedeny některé metody používané pro přípravu GaN nanostruktur se zaměřením na metodu přípravy molekulární svazkovou epitaxi s asistencí iontového svazku IBA-MBE. Další kapitola je věnována teorii emise elektronů z pevných látek. Je zde popsán mechanismus snížení potenciálové bariéry Schottkyho efektem a Fowler-Nordheimova teorie popisující charakteristiky studené emise elektronů. V závěru kapitoly je řešen současný stav problematiky opticky spínané emise elektronů z polovodičových materiálů.

Praktická část práce je zaměřena na automatizaci zdrojů pro depozici GaN nanostruktur. Je zde rozebrán konstrukční návrh a elektrické zapojení jednotky, řídící časové spínání atomárního svazku Ga a iontového svazku N_2^+ . V rámci práce byly vyhotoveny 3D model a kompletní výkresová dokumentace užitím programu Autodesk Inventor. Dále se práce věnuje přípravě GaN nanokrystalů na substrátech Cu fólie pokryté grafenem, Cu fólie, Si s vrstvou SiO_2 (285 nm) a Si s vrstvou SiO_2 (2 nm), u kterých je měřena studená emise elektronů. Práce navazuje na diplomovou práci Ing. Stanislava Horáka [22], který navrhl měřící aparaturu, na které byly v rámci této práce provedeny úpravy pro optimalizaci měření studené emise elektronů.

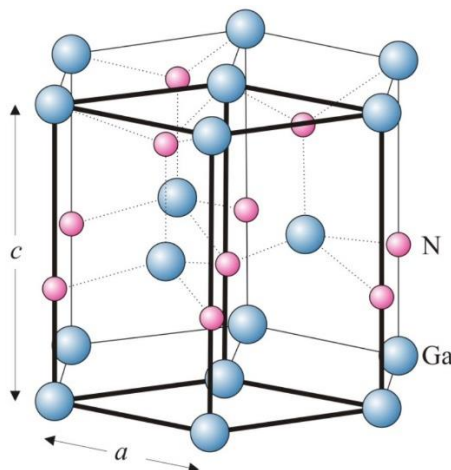
1 NITRID GALLIA

Nitrid gallia (GaN), je binární polovodič s přímým přechodem o velikosti zakázaného pásu 3,4 eV skládající se z prvků III. a V. skupiny. Gallia s atomovým číslem 31 a relativní atomovou hmotností 69,72 a dusíku s atomovým číslem 7 a relativní atomovou hmotností 14,01. Jde o velice tvrdý materiál s pevností 12 ± 2 GPa [1], který je rovněž chemicky i tepelně odolný (teplota tání 1973 K) [2] a vykazuje značnou tepelnou vodivost a kapacitu [3]. Přehled základních fyzikálních vlastností je uveden v tab. 1.1.

Molární hmotnost	$M = 83,730 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$
Hustota	$\rho = 6,15 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
Teplota tání	$T = 1973 \text{ K}$
Mřížkové parametry wurtzitické struktury při $T = 300 \text{ K}$.	$a = 3,189 \text{ \AA}$ $c = 5,185 \text{ \AA}$
Šířka zakázaného pásu při $T = 5 \text{ K}$.	$E_g = 3,5 \text{ eV}$
Šířka zakázaného pásu při $T = 300 \text{ K}$.	$E_g = 3,39 \text{ eV}$
Elektronová mobilita při $T = 77 \text{ K}$.	$\mu = 19200 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
Elektronová mobilita při $T = 300 \text{ K}$.	$\mu = 1350 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
Tepelná kapacita	$C(T) = 35,3 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
Tepelná vodivost	$\lambda = 2,1 \text{ W} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
Index lomu	$n_D = 2,429$

Tab. 1.1: Přehled fyzikálních vlastností nitridu gallia wurtzitické struktury. Převzato z [2] a [3].

Nitrid gallia krystalizuje ve dvou možných strukturách. Kubické (sfalerit, halit) nebo hexagonální (wurtzitická struktura). Schematické zobrazení wurtzitické struktury je uvedeno na obr. 1. Častější formou je právě wurtzitická struktura, jejíž elementární buňka je tvořena dvěma překrývajícími se HCP mřížkami, a která je stabilní formou i pro řadu dalších polovodičů ze skupiny nitridů (AlN, InN) [4]. Wurtzitická forma GaN vzniká zejména při epitaxním růstu na substrátech s hexagonální symetrií nebo při polykrystalickém neepitaxním růstu.



Obr. 1: Schematické zobrazení wurtzitické struktury GaN krystalu. Převzato z [5].

1.1 Použití GaN

Úspěšná příprava a rozvoj metod přípravy GaN zejména na standardizovaných křemíkových substrátech umožnily použití GaN v široké škále aplikací. Firmy, zaměřující se na výrobu křemíkových desek, jsou nyní schopny rovněž produkovat GaN desky vysoké kvality. Díky tomu v polovodičovém průmyslu GaN pomalu nahrazuje křemík [6].

- LED diody

V 90. letech 20. století vytvořili pánové Isamu Akasaki, Hiroši Amano a Šúdži Nakamura první diodu emitující modré světlo s dostatečným jasem pro konstrukci bílé LED diody [7]. Jejich vynález způsobil obrovský průlom ve výrobě displejů a osvětlení, jelikož umožnil konstrukci plnobarevných displejů a LED žárovek, které díky svojí vysoké spolehlivosti, životnosti (až 100 000 hodin), výkonu a nízké spotřebě postupně vytlačují jak standartní vláknové žárovky běžně užívané v domácnostech, tak halogenové a xenonové výbojky užívané například v automobilových světlometech či vysokotlaké sodíkové výbojky užívané v pouličních lampách. Jejich poznatky pak byly v roce 2014 oceněny Nobelovou cenou za fyziku [8]. Kombinací GaN s indiem (In) případně hliníkem (Al) vzniká opět pevná sloučenina, která v závislosti na poměru dosahuje šířky zakázaného pásu v rozsahu ($E_g = 1,9 - 6,2$ eV) [6], díky čemuž může vzniklý materiál vyzařovat barvy od červené ($\sim 1,8$ eV) po ultrafialovou ($> 3,1$ eV). S tím přichází možné uplatnění jako UV dezinfekce vody.

- Laserové diody

Další významný pokrok způsobily fialové laserové diody na bázi GaN v oblasti ukládání a vyčítání informací. Krátká vlnová délka umožnila větší hustotu pokrytí optických diskových úložišť a dala tak vzniknout nové technologii Blu-ray, která oproti starší technologii DVD se 4,7 GB u jednovrstvé varianty dosahuje kapacity 25 GB u jednovrstvé varianty a až 100 GB pro dvouvrstvou oboustrannou variantu. V současné době jsou GaN laserové diody zkoumány mimo jiné i pro užití v komunikaci prostřednictvím viditelného světla, a to jak volným prostorem (země-vzduch, popř. země-družice), tak pod vodou, přičemž se podařilo dosáhnout přenosové rychlosti až 15 Gbit/s [9].

- Tranzistory

Kromě výše zmíněných optoelektronických vlastností je GaN využíván rovněž v oblasti tranzistorů, kde mnohými vlastnostmi překonává tranzistory na bázi křemíku. GaN tranzistory typu HEMT jsou na trhu od roku 2006 a díky jejich vysoké efektivitě a možnosti pracovat při vysokých napětích jsou hojně využívány v bezdrátové komunikaci. Dále pak tranzistory typu MOSFET na bázi GaN našly využití v oblasti vysoko výkonových elektronických součástek užívaných například v elektromobilech. Elektronika na bázi GaN má mimo jiné potenciál drasticky snížit spotřebu energie, a to jak ve spotřebitelské sféře, tak v samotných elektrárnách.

- Elektronové trysky
Mezi výjimečné vlastnosti GaN patří i schopnost studené emise elektronů. Tato vlastnost je rovněž jedním z předmětů studia této práce. V posledních letech přibývají studie zaměřující se na tvorbu GaN nanostruktur se záměrem vytvoření nového elektronového zdroje pro aplikace v různých zobrazovacích a analytických technikách. Jelikož základním omezením rozlišení technik jako je rastrovací elektronová mikroskopie je velikost stopy ozařující vzorek, je nutné zmenšit emisní plochu elektronového zdroje a má se za to, že GaN nanostruktury by mohly tento požadavek splnit.
- Další možné zajímavé aplikace
Stojí za zmínku, že vrstva GaN je netoxická a biokompatibilní a v posledních letech je studována za účelem vytvoření neuročipů [10]. Je-li GaN dopovaný vhodnými atomy jako např. kobaltem nebo manganem, projeví se u něj zajímavé feromagnetické vlastnosti, díky kterým by mohl nalézt využití ve spintronice [11]. Vysoká tvrdost, chemická stálost a tepelná odolnost dělají z GaN perspektivní materiál pro ochranné povlaky, případně konstrukci tepelně a chemicky namáhaných zařízení.

1.2 Příprava GaN struktur

Přípravu GaN struktur můžeme dělit na depozici z plynné fáze CVD – *chemical vapour deposition* (chemická příprava) a depozici z pevné fáze PVD – *physical vapour deposition* (fyzikální příprava). Jako chemické metody se užívají například HVPE (Angl. *hydride vapour phase epitaxy*) nebo MOCVD (Angl. *metalorganic chemical vapour deposition*). V obou případech jde o růst založený na principu chemických reakcí, kdy jsou do reakční komory napuštěny sloučenina gallia (např. GaCl, $(\text{CH}_3)_3\text{Ga}$) a sloučenina dusíku (např. NH_3). Ty pak spolu reagují na vhodně zahřátém substrátu (přes 1000 °C) za vzniku GaN a odpadních látek [6]. Mezi výhody těchto metod patří zejména vysoká rychlost růstu až 200 $\mu\text{m}/\text{h}$ a s tím spojená možnost přípravy širokých vrstev použitelných jako samostatný substrát [12]. Další výhodou v případě HVPE je, že příprava probíhá za atmosférického tlaku, takže není potřeba aparatura s ultravysokým vakuem UHV (*ultra high vacuum* $p < 10^{-7}$ Pa). Hlavní nevýhodou těchto metod je problém s kontaminací rostených vrstev, a to jak vznikajícími odpadními látkami, tak plyny ve zbytkové atmosféře v aparatuře. Použití těchto procesů pochopitelně obnáší nutnost nakládání s často těkavými, toxickými, hořlavými či jinak nebezpečnými chemikáliemi, a to jak na začátku procesu, tak i na jeho konci což s sebou přináší komplexní problematiku logistiky skladování chemikálií a nakládání s chemickým odpadem. V této práci byl GaN připravován metodou PVD, a proto zde nejsou metody CVD blíže studovány.

Mezi metody PVD patří např. molekulární svazková epitaxe MBE – *molecular beam epitaxy*, molekulární svazková epitaxe s asistencí iontovým svazkem IBE-MBE – *ion beam assisted molecular beam epitaxy*. Na rozdíl od CVD technik, se při těchto metodách užívají přímo atomy případně ionty prvků, ze kterých se má skládat finální struktura. V případě GaN spolu tedy reagují atomy Ga a ionty N_2^+ o nízké energii (< 50 eV). Výhodou těchto metod je vysoká kvalita rostených vrstev, nízká kontaminace, a především precizní kontrola vzorku *in situ*. Mezi nevýhody pak patří nutnost pracovat v UHV podmínkách a rovněž se nedosahuje tak vysoké rychlosti růstu [13]. V této práci byl GaN vyráběn modifikovanou metodou IBA-MBE, o které je blíže pojednáno v následující kapitole.

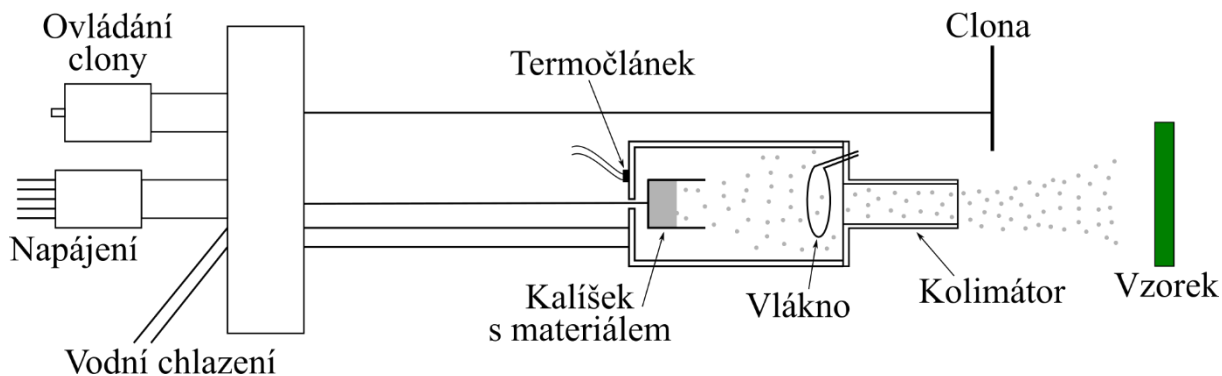
1.2.1 IBA-MBE – molekulární svazková epitaxe s asistencí iontového svazku

Jak bylo zmíněno výše, v laboratoři na Ústavu fyzikálního inženýrství VUT v Brně, byla pro přípravu GaN nanostruktur použita modifikovaná molekulární svazková epitaxe s asistencí iontového svazku. Modifikace spočívá v sekvenčním růstu, kdy nejsou reagující prvky deponovány současně, ale nejprve je na substrát deponováno gallium, které je následně takzvanou post-nitridací přeměněno na krystaly GaN. Tato metoda bývá též nazývána kapková. Používané zdroje atomů Ga a iontů N jsou blíže popsány v kapitolách 1.2.1.1 a 1.2.1.2. Celý proces růstu musí být prováděn v UHV aparatuře, a to ze dvou důvodů. Za prvé proto, abychom zajistili růst kvalitních neznečištěných struktur s minimem defektů a za druhé proto, abychom splnili efuzní podmínku, která vyžaduje, aby střední volná dráha částic λ byla větší než největší rozměr aparatury. Tato podmínka se dá zapsat jako $\lambda > l$, přičemž pro střední volnou dráhu platí vztah:

$$\lambda = \frac{k_B T}{\sqrt{2} p \pi d^2} . \quad (1.1)$$

1.2.1.1 Zdroj atomů Ga

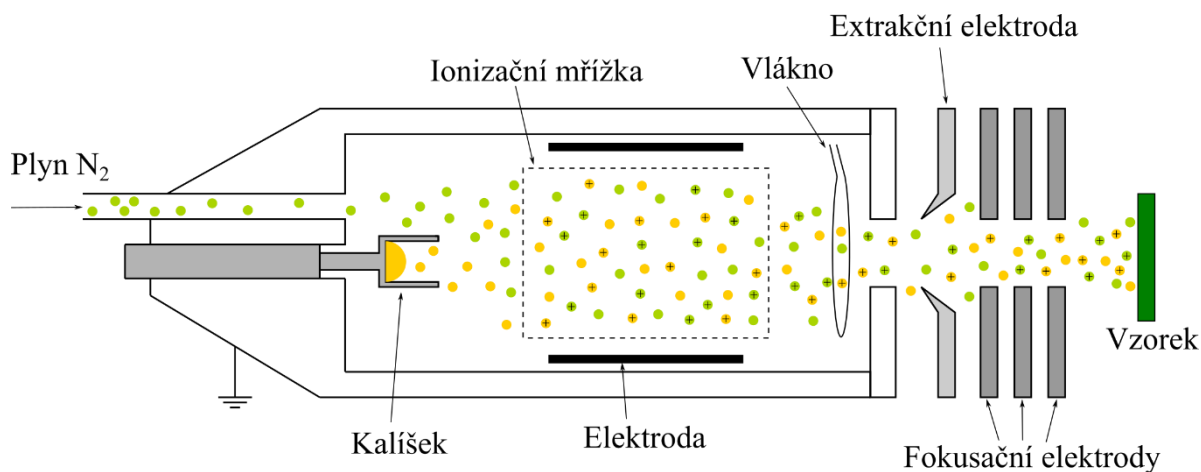
Jako zdroj atomů užíváme v naší aparatuře efuzní celu EFM 3 od firmy Omicron. Schéma efuzní cely můžete vidět na obr. 2. Princip zařízení je následující. Wolframové vlákno je průchodem elektrického proudu ohřáto na teplotu $T_{vlákno} \sim 2800$ K. Při takto vysoké teplotě jsou z vlákna termoemisí (viz 2.2) emitovány elektrony. Na molybdenový kalíšek naplněný požadovaným depozičním materiálem, v našem případě galliem, je přivedeno napětí $U_{kalíšek} \sim 800$ V. Toto napětí urychluje termoemisní elektrony směrem ke kalíšku. Elektrony dopadající na kalíšek a jeho náplň (Ga) je zahřívají na teplotu odpařování gallia (> 900 °C). Vypařující se atomy Ga putují dále skrz kolimátor směrem k substrátu. Malé procento atomů interaguje s termoemisními elektrony a dochází tak k jejich ionizaci. Velká část těchto iontů dopadá na kolimátor což umožňuje měřit proud I_{iont} . Velikost iontového proudu je úměrná množství neutrálních atomů Ga procházejících kolimátorem na substrát. Rychlost depozice může být modulována prostřednictvím teploty kalíšku. Posledním důležitým prvkem je clona. Každá efuzní cely je vybavena pohyblivou clonou, která může zaclonit proud atomů a tím přerušit depozici. Tato funkce je důležitá pro precizní ovládání depozičního času [6]. Na obr. 2 si povšimněte ovládání clony, které je společně s extrakční elektrodou iontového zdroje dusíku (viz 1.2.1.2) předmětem optimalizace výrobního procesu, která je řešena v kapitole 3.



Obr. 2: Schéma efuzní cely.

1.2.1.2 Iontově atomární zdroj

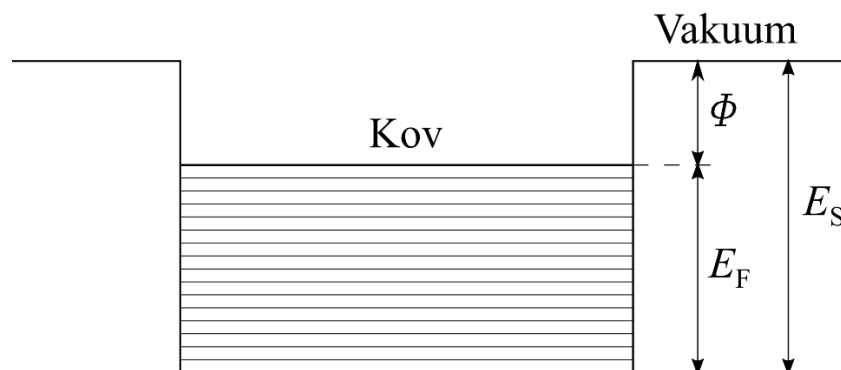
Iontově atomární zdroj používaný v této práci k přípravě GaN nanostruktur byl vyvinut na Ústavu fyzikálního inženýrství [14]. Schéma iontově atomárního zdroje je zobrazeno na obr. 3. Princip zařízení je následující. Zdroj obsahuje wolframové vlákno, které termoemisí emituje elektrony. Ty jsou urychlovány kladným potenciálem k ionizační mřížce. Do prostoru ionizační mřížky je napouštěn plynný dusík. Dochází ke srážení molekul dusíku s elektrony, a tím ve zdroji vznikají ionty N^+ a N_2^+ . Ionty jsou extrakční elektrodou vytahovány ze zdroje a sérií elektrostatických elektrod fokusovány na vzorek [6]. Extrakční elektroda a ionizační mřížka jsou druhou částí řešenou v optimalizačním procesu v kapitole 3.



Obr. 3: Schéma iontově atomárního zdroje.

2 EMISE ELEKTRONŮ

Pro popis chování elektronů v kovech se standartně užívá model volných elektronů. Elektrony se nachází v potenciálu vytvořeném všemi ostatními částicemi v látce. Protože kovy patří mezi krystalické látky a částice jsou v nich tedy uspořádány do pravidelné periodicky se opakující krystalické mřížky, předpokládá se, že potenciál, v němž se elektrony nacházejí, má rovněž periodický průběh. Pro zjednodušení popisu chování elektronů v kovech se běžně užívá Sommerfeldův model, který aproximuje periodicky se měnící potenciál konstantním potenciálem.



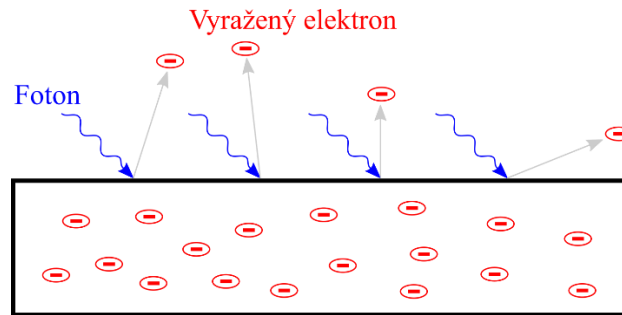
Obr. 4: Model volných elektronů v kovu při $T = 0$ K.

Elektrony se mohou v rámci materiálu pohybovat zcela volně. Jejich pohyb je omezen pouze povrchem materiálu, kde jim v pohybu brání potenciálová bariéra, vzniklá diskontinuitou mezi povrchem a vakuem. Na obr. 4 je zobrazeno obsazení energiových hladin kovu při teplotě $T = 0$ K. Za této teploty jsou obsazeny všechny hladiny, a to až po Fermiho energii E_F . Na obrázku je dále zobrazena energie vakua E_S . Rozdíl E_F a E_S se označuje jako ϕ a nazývá se výstupní práce. Velikost výstupní práce je závislá na materiálu, topografii, morfologii a hraje významnou roli ve všech jevech týkajících se elektronové emise.

Jako elektronová emise se označuje jev, kdy dochází k emisi elektronů z látky. Aby tento jev nastal, musí elektrony buď získat dostatečnou energii pro překonání výstupní práce (potenciálové bariéry) nebo tunelovat skrz potenciálovou bariéru. Emisi na principu překonání výstupní práce dělíme podle zdroje energie na **fotoelektrický jev** (zdrojem energie jsou fotony) a **termoemisi** (zdrojem energie je teplo – ohřev látky). Emisi na principu tunelování označujeme jako **studenou emisi**.

2.1 Fotoelektrický jev

Fotoelektrický jev (nebo fotoefekt) je proces, při němž je elektron uvolněn z obalu atomu absorpcí elektromagnetického záření (fotonu) (obr. 5).



Obr. 5: Schéma fotoelektrického jevu.

Aby došlo k uvolnění elektronu, musí být energie absorbovaného fotonu větší nebo rovna výstupní práci příslušící danému materiálu $E_{foton} \geq \phi$. Energie fotonu je dána rovnicí [15]:

$$E_{foton} = hf, \quad (2.1)$$

kde h je Planckova konstanta a f je frekvence použitého elektromagnetického záření (světla). Z rovnice (2.1) tedy plyne, že pro překonání výstupní práce a uvolnění elektronu je potřeba záření o určité minimální nebo vyšší frekvenci. Uvolněný elektron pak buď může zůstat v materiálu jako vodivostní elektron, mluvíme pak o vnitřním fotoefektu, kterého se využívá například u fotodiod, nebo může být emitován z povrchu do okolí materiálu, mluvíme pak o vnějším fotoefektu. Nejjednodušší model pro vnější fotoefekt je [16]:

$$I = \frac{e}{hv} Q_E P_{laser}, \quad (2.2)$$

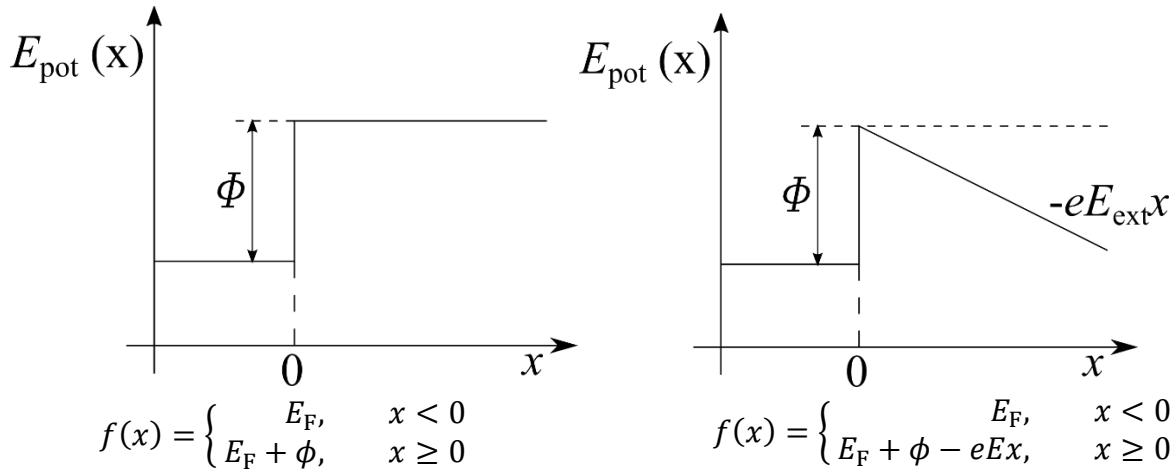
kde I je emisní proud, Q_E je kvantová účinnost (podíl počtu emitovaných elektronů vůči počtu dopadených fotonů), P_{laser} je výkon laseru a v je frekvence dopadajícího záření. Kvantová účinnost se pokládá za úměrnou $(hv - \Phi)^2$ [16].

2.2 Termoemise

Termoemise je mechanismus, při němž opět dochází k uvolnění elektronu z obalu atomu. V tomto případě získává elektron energii potřebnou pro překonání výstupní práce prostřednictvím tepla. Klasickým příkladem termoemise je emise elektronů ze žhavené katody do vakua (známý též jako Edisonův efekt), který je základem elektronky. Emitor (katoda) je obvykle žhaven odporově (proudem) a jedná se o nejčastější typ elektronového zdroje v široké škále aplikací. Jejich největší výhodou je jednoduchá výroba (například wolframové vlákno) a rovněž mohou být použity v prostředí nízkého vakua. V elektronových zdrojích hraje významnou roli redukce potenciálové bariéry napětím a obrazovým potenciálem.

Redukce potenciálové bariéry napětím a obrazovým potenciálem

V elektronových zdrojích je emitor (katoda) negativně nabitý vzhledem k okolnímu prostředí (anodě). Přiložené napětí má za následek modifikaci původně schodovité potenciálové bariéry na trojúhelníkovou viz schéma na obr. 6.



Obr. 6: a) schéma schodovité potenciálové bariéry bez přiloženého napětí + popis rovnicí [eV], b) schéma potenciálové bariéry snižené přiloženým napětím + popis rovnicí [eV].

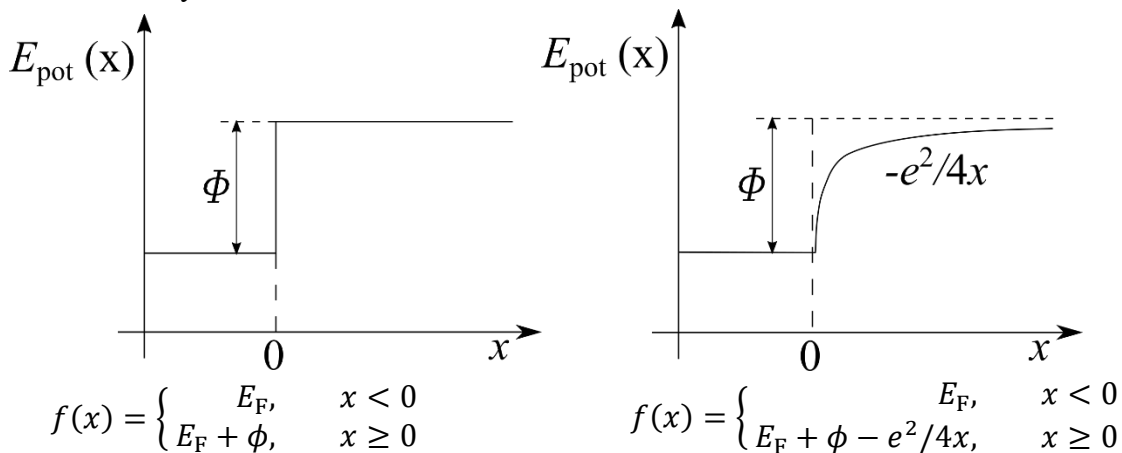
Druhým efektem modifikujícím potenciálovou bariéru je obrazový potenciál. Elektron nad povrchem kovu indukuje na povrchu pozitivní (obrazový) náboj. Při pohybu nad povrchem pociťuje elektron potenciál vytvořený tímto nábojem (obrazový potenciál). Elektrostatická síla působící na elektron je rovna [17]:

$$f = \frac{-e^2}{4x^2}, \quad (2.3)$$

a obrazový potenciál je pak roven:

$$V(x) = \int_x^\infty f dx = -\frac{e^2}{4x}. \quad (2.4)$$

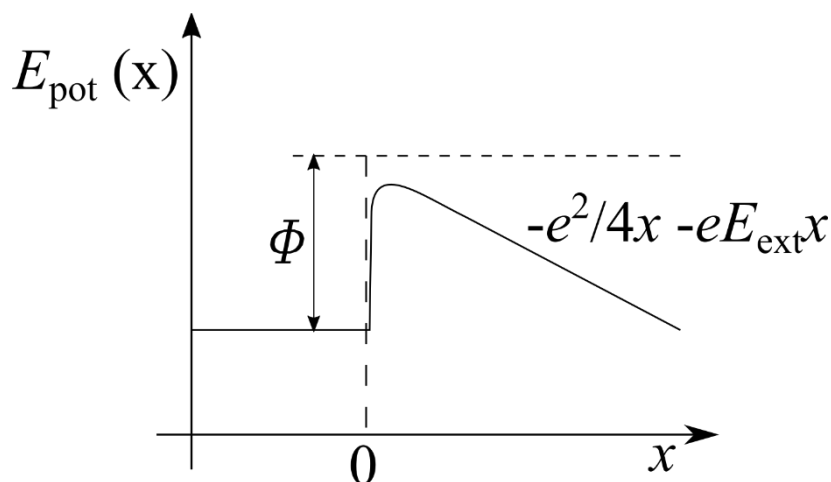
Přítomnost obrazového potenciálu má tedy za následek další snížení a zároveň zaoblení potenciálové bariéry viz obr. 7.



Obr. 7: a) schéma schodovité potenciálové bariéry bez obrazového potenciálu + popis rovnicí [eV], b) schéma potenciálové bariéry snižené obrazovým potenciálem + popis rovnicí [eV].

Kombinace těchto dvou efektů se nazývá Schottkyho efekt (obr. 8), kdy za přítomnosti elektrostatického pole je pro elektron mimo povrch materiálu potenciální energie rovna [17]:

$$V(x) = \phi - \frac{e^2}{4x} - eE_{\text{ext}}x . \quad (2.5)$$

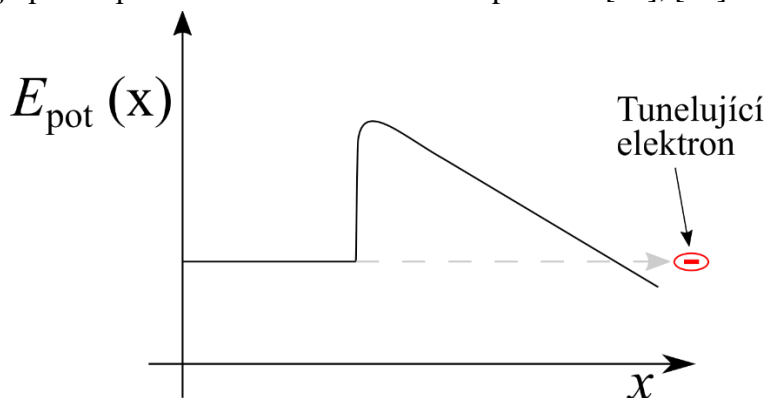


Obr. 8: Schéma potenciálové bariéry redukované Schottkyho snížením.

Elektrické pole tedy efektivně snižuje výstupní práci materiálu, kterou musí elektron překonat, a tím zvyšuje emisní proud. Emise za těchto podmínek bývá nazývána Schottkyho emise.

2.3 Studená emise

Proces studené emise elektronů nebo též autoemise je unikátním typem elektronové emise, neboť je způsoben výhradně kvantově-mechanickými jevy, konkrétně tunelováním elektronů z povrchu do vakua (obr. 9). Je založen na nenulové pravděpodobnosti, že elektron pronikne skrz potenciálovou bariéru, vzniklou diskontinuitou mezi povrchem materiálu a vakuem. Aby došlo ke studené emisi, je potřeba použít silné elektrické pole řádově až $10^8 \text{ V} \cdot \text{cm}^{-1}$, jelikož elektrické pole Schottkyho efektem (kap. 2.2) redukuje potenciálovou bariéru, a tím zvyšuje pravděpodobnost emise elektronů z povrchu [18], [19].



Obr. 9: Schéma elektronu tunelujícího skrz potenciálovou bariéru sníženou Schottkyho efektem.

O kvantitativní popis studené emise se zasloužili Fowler a Nordheim (dále jen F-N), kteří navázali na experimentální výsledky Millikana, Eyringa a Lauritsena [20].

2.3.1 Fowler-Nordheimova teorie

Ačkoliv F-N původně vytvořili svoji teorii pro popis studené emise z kovů, v praxi se užívá i jako dobrá aproximace pro polovodiče. F-N odvodili vztah pro proudovou hustotu ve tvaru [21]:

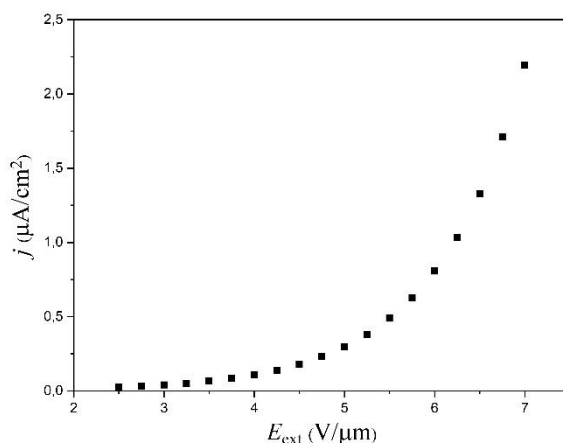
$$j = \frac{e^3}{8\pi h} \frac{E_{\text{ext}}^2}{t^2(y)\phi} \exp\left[-\frac{4(2m_e)^{1/2} \phi^{3/2}}{3\hbar e E_{\text{ext}}}\vartheta(y)\right], \quad (2.6)$$

kde $t(y)$ a $\vartheta(y)$ jsou Nordheimovy eliptické funkce, jejichž hodnoty jsou tabelované. V praxi se funkce $t^2(y)$ a $\vartheta(y)$ aproximují jako: $t^2(y) = 1,1$ a $\vartheta(y) = 0,95 - \frac{eE\phi^2}{4\pi\epsilon_0}$, přičemž tak vzniká chyba maximálně 5% [22]. Po aplikaci této aproximace a dosazení známých konstant získáme rovnici [21]:

$$j = 1,5 \cdot 10^{-6} \frac{E_{\text{ext}}^2}{\phi} \exp\left[\frac{10,4}{\phi^{1/2}}\right] \exp\left[-6,44 \cdot 10^7 \frac{\phi^{3/2}}{E_{\text{ext}}}\right], \quad (2.7)$$

kde j je hustota proudu v $[\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}]$, ϕ je výstupní práce materiálu v $[\text{eV}]$ a E_{ext} je intenzita externího elektrického pole v $[\text{V} \cdot \text{cm}^{-1}]$.

Velikost intenzity elektrického pole regulujeme prostřednictvím přiváděného napětí mezi katodu a anodu a volbou vzdálenosti mezi katodou a anodou. Můžeme tak získat graf závislosti proudové hustoty na intenzitě. Typický graf této závislosti je na obr. 10.



Obr. 10: Příklad grafu naměřených hodnot závislosti proudové hustoty na intenzitě elektrického pole.

2.3.2 Charakteristika měřených polovodičových nanostruktur

U polovodičových nanostruktur experimentálně měřený emisní proud o dva řády převyšoval hodnoty vyplývající z F-N rovnice (2.6). Příčinu tohoto rozdílu lze hledat v geometrii, jelikož se nejedná o rovný kovový povrch, se kterým původní teorie pracovala, nýbrž o značně strukturovaný povrch s velkým množstvím ostrých hran a zakončení nanostruktur. Z tohoto důvodu byl pro charakterizaci měřených povrchů zaveden faktor zesílení β . Porovnáním jednotlivých faktorů β u různých nanostruktur můžeme posoudit kvalitu jednotlivých struktur vzhledem ke studené emisi [22].

Dalším významným faktorem charakterizujícím povrch je efektivní oblast emise α [μm^2]. Jelikož se jedná o strukturovaný povrch a intenzita na povrchu tedy není konstantní, nedochází k rovnoměrné emisi z celého měřeného povrchu, ale emitují především vrcholy, hrany a zvýšené oblasti měřeného vzorku. Právě to charakterizuje faktor α [22].

Poslední sledovanou charakteristikou v rámci měření studené emise je spouštěcí elektrické pole E_{on} . Spouštěcí elektrické pole chápeme jako nutné pole pro dosažení proudové hustoty 0,01 až 0,1 $\mu\text{A cm}^{-2}$ [22].

Jelikož při experimentu měříme emisní proud, a nikoliv hustotu emisního proudu, modifikujeme vztah (2.7) tak, že jej vynásobíme faktorem α . Dále pro charakterizaci nanostruktur nahradíme ve vztahu (2.7) elektrickou intenzitu aplikovaného pole E_{ext} , intenzitou efektivního pole E_{ef} jež je dána vztahem:

$$E_{\text{ef}} = \beta \cdot E_{\text{ext}} . \quad (2.8)$$

Obdržíme tak rovnici vyjadřující závislost emisního proudu na aplikovaném elektrickém poli:

$$I = 1,5 \cdot 10^{-6} \alpha \frac{\beta^2 E_{\text{ext}}^2}{\phi} \exp \left[\frac{10,4}{\phi^{1/2}} \right] \exp \left[-6,44 \cdot 10^7 \frac{\phi^{3/2}}{\beta E_{\text{ext}}} \right] , \quad (2.9)$$

kde jsou jednotlivé veličiny v jednotkách I [A], α [cm^2], β [-], E_{ext} [V cm^{-1}], ϕ [eV].

Rovnice (2.9) odpovídá funkci na obr. 10. Pokud obě strany rovnice (2.9) vydělíme E_{ext}^2 , aplikujeme na ně přirozený logaritmus a zavedeme substitute:

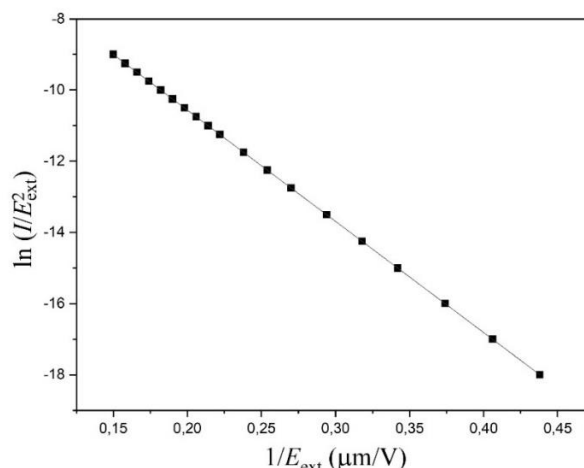
$$a \equiv 1,5 \cdot 10^{-6} \alpha \beta^2 \exp \left[\frac{10,4}{\phi^{1/2}} \right] , \quad (2.10)$$

$$b \equiv 6,44 \cdot 10^7 \frac{\phi^{3/2}}{\beta} , \quad (2.11)$$

obdržíme vztah:

$$\ln \left(\frac{I}{E_{\text{ext}}^2} \right) = - \frac{b}{E_{\text{ext}}} + \ln(a) \quad (2.12)$$

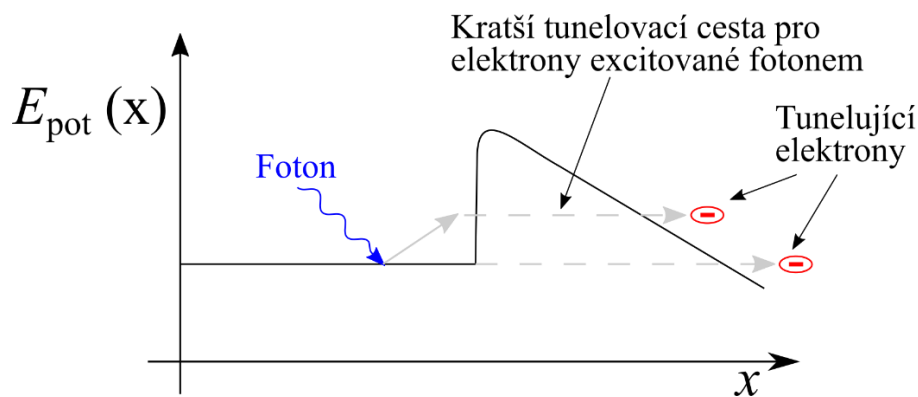
Vyneseme-li naměřená data do F-N souřadnic $\left(\frac{1}{E_{\text{ext}}} \ln \left(\frac{I}{E_{\text{ext}}^2} \right) \right)$ a proložíme je lineární závislostí obdržíme F-N graf. Porovnáním s rovnicí (2.12) určíme parametry a a b a z nich pak pomocí rovnic (2.10) a (2.11) faktory α a β . Typický F-N graf s lineárním proložením je na obr. 11.



Obr. 11: Příklad F-N grafu studené emise s lineárním proložením.

2.3.3 Studená emise posílená světlem

Bylo předpovězeno zesílení studené emise pomocí ozáření povrchu katody světlem. Tato předpověď se opírá o jednoduchý fyzikální princip. Předpokládejme dopadající záření o frekvenci nižší, než je frekvence potřebná pro překonání výstupní práce materiálu. Pochopitelně nemůže docházet k fotoelektrickému jevu. Nicméně zlomek elektronů narážejících na povrch získá energii odpovídající absorbovanému fotonu. Tyto elektrony mají vyšší pravděpodobnost tunelování skrz potenciálovou bariéru a z tohoto důvodu by mělo dojít k posílení studené emise i přesto, že dopadající záření nemá dostatečnou frekvenci pro vyvolání fotoefektu. Jde tedy o fotony asistované tunelování (obr. 12). [23]



Obr. 12: Fotony asistované tunelování.

Tato předpověď byla záhy experimentálně potvrzena vědci z americké výzkumné skupiny. Ti vytvořili sérii elektrod za použití zlata a mědi, na které přivedli napětí 0–15kV a katodu ozařovali He-Ne laserem o výkonu 3 mW. Proměřili výstupní proud bez spuštění laseru a s laserem. Na základě získaných dat určili faktor zesílení pomocí laserového svazku, který dosahoval až hodnot 3,75, kdy bez laseru dosahoval měřený proud $I_{\text{off}} = 40 \mu\text{A}$ a s laserem $I_{\text{on}} = 150 \mu\text{A}$. Jelikož je výstupní práce zlata $\phi_{\text{Au}} = 5,4 \text{ eV}$ a mědi $\phi_{\text{Cu}} = 4,8 \text{ eV}$, přičemž energie He-Ne laseru je $E_{\text{laser}} = 1,96 \text{ eV}$ můžeme vyloučit fotoelektrický jev a dané výsledky považovat za potvrzení předpovědi. [24]

2.4 Polovodičové nanomateriály s potenciálem pro opticky spínanou emisi

ZnO nanodráty

Skupina vědců z Taiwanu se zabývala studiem vysoce uspořádaných ZnO nanodráty o délce 5 μm a průměru 50-250 nm připravených metodou VPL (*vapour-liquid-solid*) bez katalyzátoru. Byl studován vliv UV záření na studenou emisi (fotony asistované tunelování). Při ozáření vzorků UV zářivkou o výkonu 4,8 mW a vlnové délce $\lambda = 362$ nm bylo zaznamenáno snížení spouštěcího elektrického pole z $E_{\text{ext}} = 5,1$ V/ μm na $E_{\text{ext}} = 2,1$ V/ μm při hustotě proudu $j = 1$ $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Navíc při ozařování vzorku bylo dosaženo proudové hustoty $j = 65$ $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ již při intenzitě $E_{\text{ext}} = 3,5$ V/ μm [25].

HfC hroty

Studie studené emise byla provedena u hafnium karbidových hrotů, kdy bylo spouštění emise stimulováno ultrarychlým Ti-safírovým laserem o frekvenci 150 MHz a délce jednoho pulzu pod 10 fs. Při aplikaci středního napětí (200-700 V) a výkonu laseru 9 mW byl pozorován multi-fotonový fotoefekt. Vysoká frekvence laseru spolu s nízkou tepelnou vodivostí HfC vedly k lokálnímu ohřevu o několik set kelvinů (na teplotu 1500 K). S rostoucím napětím a výkonem laseru pak začala dominovat termálně asistovaná studená emise [26].

Nanodiamanty

Vědci z Německa se zabývali studiem wolframových hrotů, pokrytých vrstvou nanodiamantů. Tyto wolframové hroty o poloměru vrcholu ~ 10 nm byly připraveny elektrochemickým leptáním. Čerstvě vyleptané hroty pak byly ponořeny do nanodiamantové suspenze a osušeny dusíkem. Tímto způsobem byly na hroty naneseny krystalizační jádra. Posledním krokem přípravy pak byl růst nanodiamantové vrstvy metodou depozice z plynné fáze MECVD (*microwave-enhanced chemical vapour deposition*). Tímto procesem byly vytvořeny wolframové hroty pokryté vrstvou nanodiamantů o poloměru vrcholu 150 – 200 nm, u kterých dále byla studována vhodnost pro laserem spínanou emisi. Ve této práci se hovoří o možnosti efektivní multi-fotonové excitace napříč celým spektrem a prezentují spouštění emise lasery o vlnových délkách od $\lambda = 1932$ nm (infračervená) až po $\lambda = 235$ nm (ultrafialová). Další významnou vlastností je stabilita emise pro až 400 elektronů na jeden pulz. Vlastnosti těchto hrotů jsou povzbudivé pro jejich užití jako laserem spouštěné elektronové zdroje [27].

PbBi₂Se₄

Dalším materiálem, který se jeví jako velice atraktivní pro světlem spínanou emisi, je nanovrstva PbBi₂Se₄. Při studiu tohoto materiálu byla zjištěna skutečnost, že při ozáření povrchu viditelným světlem dojde ke snížení spouštěcího elektrického pole z $E_{\text{ext}} = 4,8 \text{ V}/\mu\text{m}$ na $E_{\text{ext}} = 3,9 \text{ V}/\mu\text{m}$ při hustotě proudu $j = 1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Při intenzitě elektrického pole $E_{\text{ext}} = 8,4 \text{ V}/\mu\text{m}$ za současného ozáření bylo dosaženo hustoty proudu $j = 893 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Fotony asistovaná emise se ukázala být dobře reprodukovatelná, kdy emisní proud vykazoval výrazný nárůst a pokles, synchronní se zapínáním a vypínáním zdroje světla. Navíc při šesti hodinovém měření emise prokázala výbornou stabilitu [28].

C nanotrubky

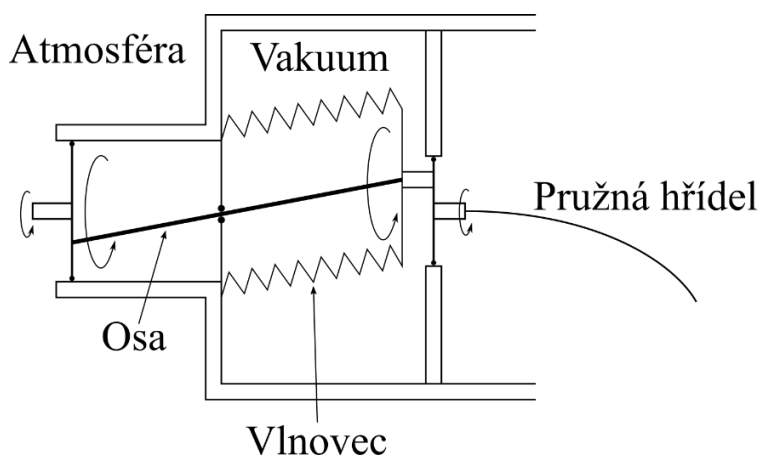
Byla provedena studie laserem spínané elektronové emise ze vzorků hustě pokrytých 1 mm dlouhých více stěnných C nanotrubek. Tyto nanotrubky byly připraveny metodou CVD na bázi ethylenu při 750°C. Jako katalyzátor pro proces růstu byla použita 1 nm vrstva železa na 10 nm vrstvě hliníku napařené na vysoce P-dopovaném Si substrátu. Takto připravené vzorky byly podrobeny sérii experimentů, zkoumajících jejich schopnost emise elektronů. V prvním experimentu byl vzorek ozařován UV zářením o vlnové délce $\lambda = 266 \text{ nm}$ a výkonu 100 mw, přičemž mezi vzorek (katodu) a anodu bylo přivedeno nízké napětí pro sběr elektronů. Při tomto experimentu vzorek projevil dobré foto-emisní vlastnosti, kdy při měřeném proudu 40 nA dosahoval kvantové účinnosti $\sim 10^{-5}$, což řádově odpovídá kvantové účinnosti mědi a spekuluje se, že tato hodnota by mohla být ještě vylepšena optimalizací struktur, zejména pak délkou a hustotou pokrytí. Tato skutečnost pak dělá z C nanotrubek slibného kandidáta pro rozličné aplikace, obzvláště s přihlédnutím k nízkým výrobním nákladům a vysoké strukturální a chemické odolnosti. V dalším experimentu byl vzorek ozařován viditelným světlem z laserů o vlnových délkách $\lambda = 532 \text{ nm}$ a $\lambda = 488 \text{ nm}$. Při tomto experimentu byly změřeny tři jevy. Při aplikaci slabého napětí měl výkon laseru silný vliv na emisi a tento jev byl identifikován jako laserem řízená termoemise. Při aplikaci středně velkého napětí se začala více projevovat studená emise a v kombinaci s laserem se pak jedná o fotony asistované tunelování. Při aplikaci vysokého napětí pak převážila studená emise a ostatní jevy byly potlačeny. V souvislosti s termoemisí pojednává autor o efektu „tepelné pastí“ (angl. „heat trap“), díky kterému je možné bodově ohřát vzorek až na 2000 K i při použití laseru o nízkém výkonu a vlnové délce od ultrafialové po infračervenou. Tento fakt umožňuje konstrukci levných světlem řízených elektronových zdrojů [29].

3 AUTOMATIZACE ZDROJŮ PRO DEPOZICI NITRIDU GALLIA

Součástí této práce je návrh zařízení automatizujícího zdroje pro depozici GaN nanostruktur. Pro přípravu GaN nanostruktur se v laboratoři Ústavu fyzikálního inženýrství používá nízkoteplotní sekvenční metoda růstu (viz kap. 1.2). Při této metodě je nejprve na substrát nanесena vrstva gallia, které je následně nitrídováno na výsledný GaN, přičemž standardní časy jednotlivých kroků se pohybují v řádech hodin. Snížení časů jednotlivých kroků při depozici na několika sekundové intervaly slibuje zajímavé poznatky ve studiu růstu vytvářených vrstev. Tyto vrstvy jsou studovány z hlediska optoelektrických a emisních vlastností. Je pochopitelné, že dosažení takové časové přesnosti přepínání procesu není manuálně možné, a právě z tohoto důvodu bylo přistoupeno k návrhu následujícího zařízení. Toto zařízení se skládá ze dvou částí, manipulátoru clony galliové efuzní cely a řídicí elektroniky, jejíž součástí je ovladač extrakční elektrody iontového zdroje a uživatelské rozhraní pro nastavení jednotlivých časových intervalů, případně manuální přepínání.

3.1 Podmínky kladené na návrh automatického ovládání clony

Pro ovládání clony efuzní cely bylo potřeba navrhnout samotný mechanismus, na který je kladeno několik podmínek. Otáčení musí probíhat v relativně velkém rozsahu úhlů ($\sim 270^\circ$). Zároveň nesmí dojít k přetočení za krajní polohy clony. Obě tyto podmínky plynou z mechanismu a konstrukce, kterou se přenáší krouticí moment z prostředí atmosféry do vakuové aparatury. Přenos krouticího momentu je v našem případě zajištěn rotační průchodkou do UHV (tzv. liščím ohonem) a pružnou hřídelí která přenáší krouticí moment na clonu. Schéma mechanismu je zobrazeno na obr. 13.



Obr. 13: Schéma přenosu krouticího momentu z atmosféry do vakuu.

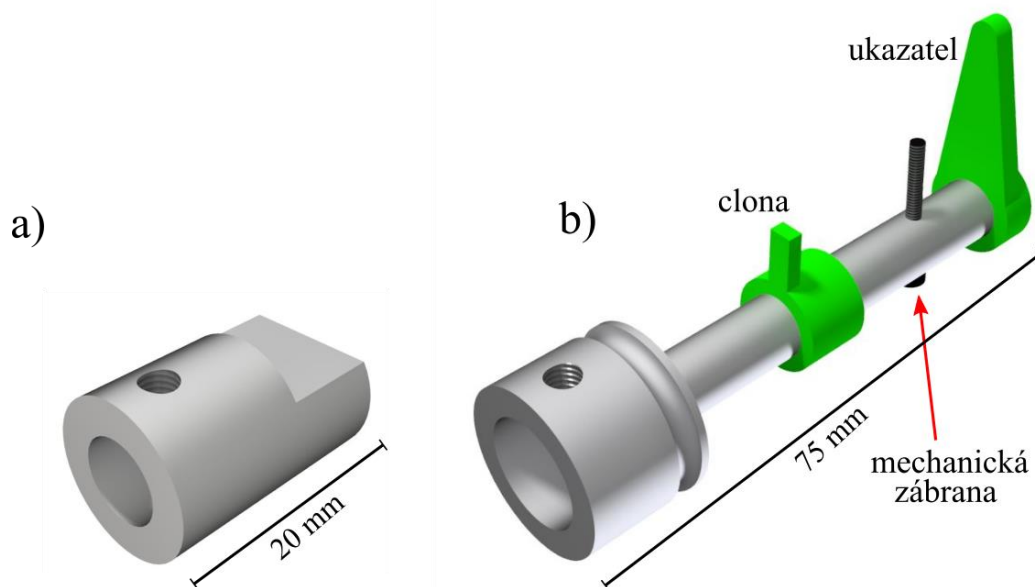
Jak je vidět na schématu, rotační průchodka do UHV je složena z vlnovce, oddělujícího vakuu a atmosféru, osy a pružné hřídele (ocelové lanko), přenášející krouticí moment na clonu. Clona drží ve svých krajních polohách prostřednictvím tření. Když začneme otáčet vnějším čepem, tření způsobí, že se clona nezačne otáčet okamžitě. Místo toho se nejprve v hřídeli začne akumulovat torzní napětí. Až ve chvíli, kdy napětí dosáhne dostatečné hodnoty pro překonání tření, dojde k rázovitému překlopení clony. Podmínka dorazů v krajních

polohách pak plyne z křehkosti mechanismu, zejména pak osy, aby se zamezilo riziku ukroucení. Konstrukční prvky manipulátoru zajišťující dorazy jsou popsány dále.

Je-li vakuová aparatura z provozních důvodů rozebrána, musí se po opětovném složení pro dosažení UHV prostředí vypéct. Při tomto procesu se celá aparatura vyhřeje na teplotu ~200 °C. Z toho plyne další podmínka kladená na námi navrhovaný mechanismus, jelikož jeho součástí je elektromotor a další elektrosoučástky, je nutné jej během vypékání demontovat.

3.2 Návrh ovládání clony efuzní cely

Pro snadnou montáž a zachování kalibrace polohy je na rotační průchodku do UHV připevněna spojka (obr. 14 a)), která zůstává trvale umístěná na aparatuře a definuje polohu clony.

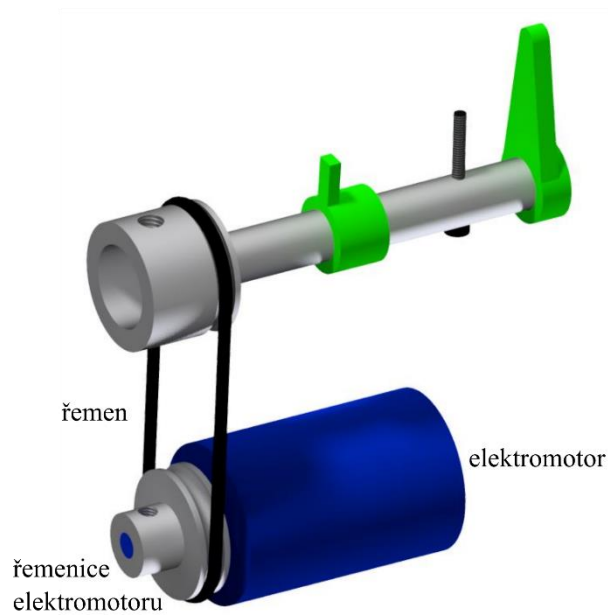


Obr. 14: a) 3D model spojky, b) 3D model řemenice čepu + clona, ukazatel, mechanická zábrana.

Ke spojkce je při sestavení připojena řemenice čepu (obr. 14 b)). Na ose řemenice čepu jsou umístěny dva ochranné prvky. Prvním z nich je clona, která v krajních polohách vjíždí do optobran. Ty dávají řídicímu mikrokontroleru signál k zastavení elektromotoru. Druhým prvkem je mechanická zábrana procházející radiálně osou řemenice, fungující jako doraz v případě selhání optobran.

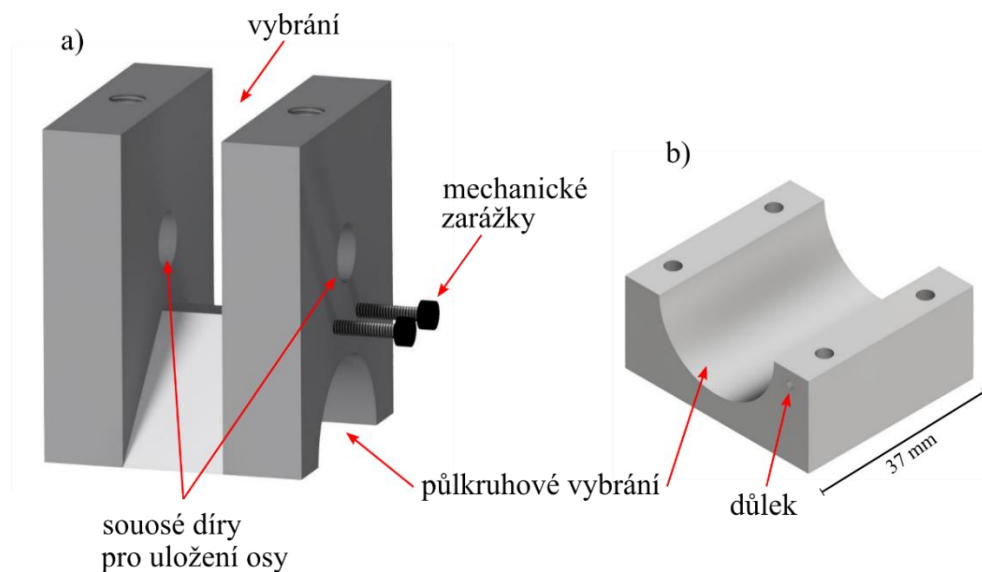
Na konci osy je umístěn ukazatel. Podle pozice ukazatele se dá vizuálně zkontrolovat poloha clony a v případě potřeby ho lze použít pro manuální ovládání clony.

Z řemenice elektromotoru (obr. 15) umístěného pod osou je řemenem přenášen kroutící moment na řemenici čepu. Řemenový převod byl zvolen jako ochranný prvek elektromotoru. Dojde-li k selhání optobran a zastavení osy o mechanické zábranky, umožňuje převod proklouznutí jedné z řemenic, a tím chrání elektromotor proti přetížení. Řemenový převod byl upřednostněn oproti třecímu převodu a spojkce kvůli snazšímu konstrukčnímu provedení a údržbě.

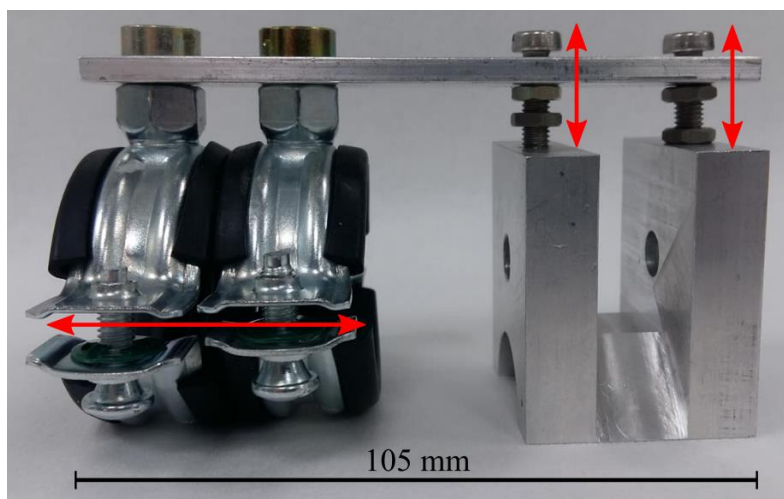


Obr. 15: 3D model řemenového převodu.

Celý mechanismus skládající se z hřídele a elektromotoru je držěn kostrou, umožňující montáž na UHV aparaturu. Tato kostra se skládá ze dvou částí. Horní část (obr. 16 a)) obsahuje dvě sousední díry, ve kterých je uložena osa řemenice čepu a vybrání sloužící pro uložení optobran a clony. Dále ze zadní strany horní části vystupují dva šrouby, sloužící jako mechanické zářezky řemenice čepu. Tyto šrouby brání přetočení řemenice v případě selhání optobran. Ve spodní straně je půlkruhové vybrání pro uložení elektromotoru, který je čtyřmi šrouby sevřen mezi horní a spodní část (obr. 16 b)), obsahující totéž vybrání. Aby při montáži nedošlo k otočení spodní části o 180° vůči horní, jsou čelní strany obou kusů označeny důlkem. Shora je kostra dvěma šrouby přichycena k nosníku. Na druhém konci je nosník přichycen dvěma šrouby ke standardizovaným objímkám s gumou, které celý mechanismus upevňují k aparatuře. Objímky lze na aparatuře posunout a umožňují tak axiální nastavení mechanismu. Radiální nastavení je pak zajištěno šrouby spojujícími kostru a nosník (obr. 17).

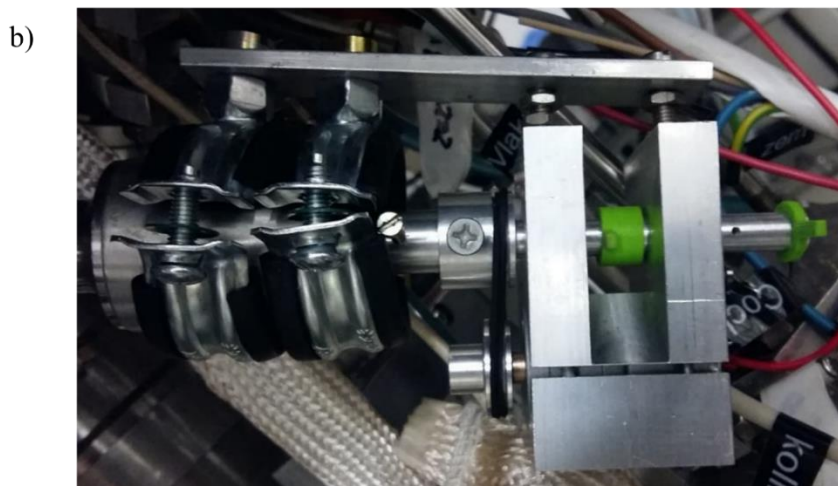
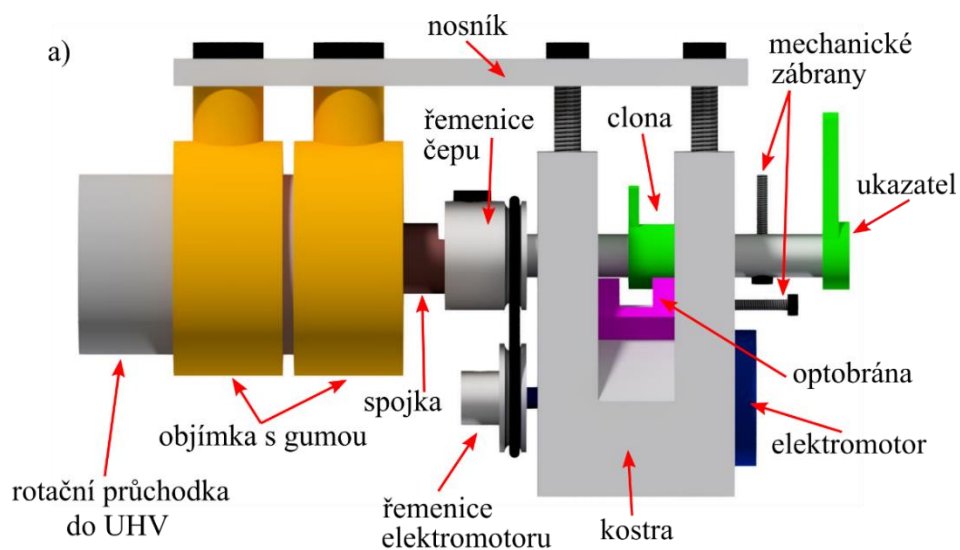


Obr. 16: 3D model kostry a) horní část, b) spodní část.



Obr. 17: Upnutí mechanismu.

Všechny kovové součásti manipulátoru jsou vyrobeny z duralu. Tento materiál byl zvolen zejména z důvodu snadné obrobitelnosti a nízké hmotnosti. Clona a ukazatel jsou vyrobeny z plastu a byly vtištěny na 3D tiskárně. Model kompletní sestavy a fotografii instalovaného manipulátoru můžete vidět na obr. 18 a) a b). Kompletní výkresovou dokumentaci naleznete v příloze.

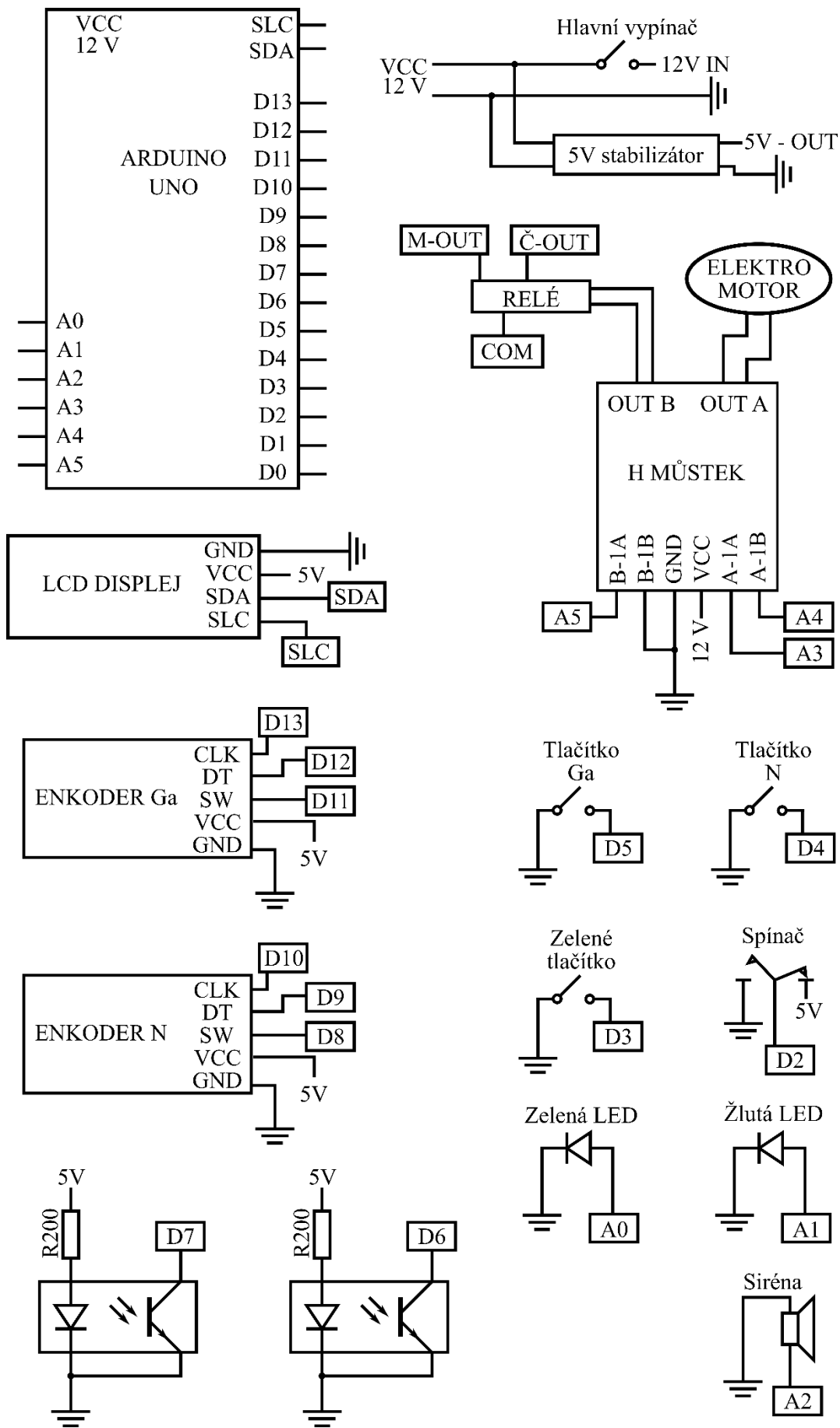


Obr. 18: a) 3D model sestavy, b) fotografie instalovaného mechanismu.

3.3 Návrh spínání iontově atomárního zdroje

Poslední podmínkou optimalizačního procesu, která se vztahuje na ovládací elektroniku, je schopnost spínat iontově atomární zdroj (obr. 3), a to buď přiváděním -50 V a $+50\text{ V}$ na extrakční elektrodu, nebo přiváděním $+50\text{ V}$ a 0 V (uzemnění) na ionizační mřížku. V prvním případě by při $+50\text{ V}$ na extrakční elektrodě ve zdroji stále vznikaly ionty, ale kladné napětí na extrakční elektrodě by jim bránilo zdroj opustit. Ve druhém případě při 0 V na ionizační mřížce by ionty ve zdroji vůbec nevznikaly, došlo by k přerušení extrakce elektronů z vlákna.

Požadavek na spínání iontového zdroje plní elektromagnetické DC relé, jež je součástí ovládací elektroniky, umístěné v ovládací jednotce. Zjednodušené schéma elektrického zapojení ovládací jednotky je zobrazeno na obr. 19.



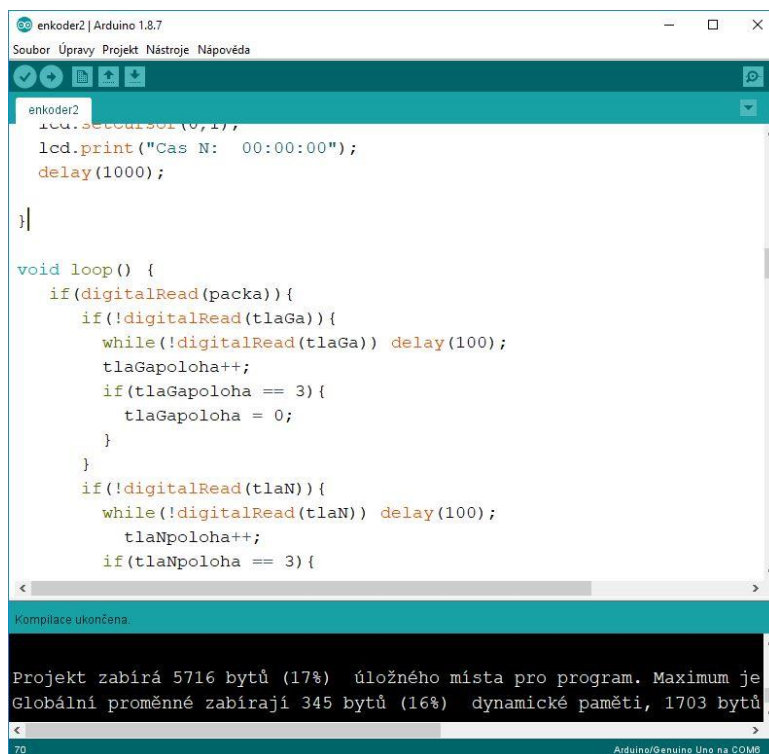
Obr. 19: Schéma elektrického zapojení ovládací jednotky.

3.4 Ovládací elektronika a software

Jako ovládací mikrokontroler byl použit mikrokontroler ATmega328 od firmy Atmel, který je součástí desky Arduino uno viz obr. 20. Arduino užívá vlastní programovací jazyk Arduino IDE (*integrated development environment*), který je zjednodušenou formou kombinující prvky programovacích jazyků C++ a phyton. Vývojové prostředí, které je naprogramované jazykem JAVA můžete vidět na obr.21. Arduino bylo zvoleno pro jednoduchost programovacího jazyka.



Obr. 20: Arduino uno.



Obr. 21: Vývojové prostředí Arduino IDE.

3.4.1 Ovládací jednotka

Ovládací jednotka řídicí zařízení pro automatizace depozice GaN je vyrobena z dvoudílné instalační polystyrenové krabičky o rozměrech 190x138x45 mm.

Přední panel

Přední panel je rozdělen do tří částí, zobrazovací, nastavení automatického chodu a manuální přepínání viz obr. 22.

V zobrazovací části jsou umístěny dvě indikační LED diody a LCD display o dvou řádcích po šestnácti znacích. Levá zelená LED dioda indikuje stav efuzní cely a pravá žlutá LED dioda stav iontového zdroje. Svítí-li dioda, znamená to otevření efuzní cely / extrakci iontů z iontového zdroje, je-li zhasnutá, cela je zavřená / ionty nejsou extrahovány.

V části nastavení automatického chodu jsou umístěny dva enkodéry pro nastavení jednotlivých časů depozice Ga a N. Vpravo od enkodérů je umístěno zelené tlačítko pro spuštění/přerušování automatického chodu.

Ve spodní části panelu jsou umístěny dvě tlačítka. Jedno pro manuální otevírání/zavírání efuzní cely a druhé pro spínání extrakční elektrody iontového zdroje.

Posledním prvkem předního panelu je přepínač umístěný nalevo uprostřed mezi nastavením automatického chodu a manuálním přepínáním. Tento přepínač slouží pro volbu provozního režimu (automat / manuál).



Obr. 22: Fotografie předního panelu ovládací jednotky.

Zadní strana

Na zadní straně ovládací jednotky viz obr. 23 jsou umístěny zleva doprava, UTP konektor pro připojení manipulátoru clony, modrý, černý a červený 4 mm konektory pro přivedení $\pm 50 \text{ V} / 0 \text{ V}$ a připojení extrakční elektrody / elektronové mřížky, standardní 5,5 mm / 2,0 mm souosý válcový konektor pro napájení 12V-DC a hlavní kolébkový vypínač.



Obr. 23: fotografie zadní strany ovládací jednotky.

3.4.2 Ovládání

Systém umožňuje práci ve dvou provozních módech, automatickém a manuálním. Mód lze zvolit spínačem: horní poloha – automatický mód, spodní poloha – manuální mód.

Automatický mód

Otáčením levého enkodéru lze nastavit požadovaný čas depozice Ga. Jednotlivá pole displeje představují HH:MM:SS (obr. 24). Mezi jednotlivými poli lze přecházet stisknutím enkodéru. Otáčením pravého enkodéru lze nastavit požadovaný čas depozice dusíkových iontů.



Obr. 24: LCD display po zapnutí.

Po nastavení jednotlivých časů se proces depozice spustí stisknutím zeleného tlačítka. Začátek depozice je indikován dvěma pípnutími a rozsvícením zelené LED diody. Dojde k otevření clony efuzní cely. Depozici lze přerušit opět stisknutím tlačítka. Ozvou se tři pípnutí a dojde k uzavření cely, případně vypnutí extrakční elektrody.

Automatický mód pracuje sekvenčně, kdy střídá stavy otevřená cela – vypnutá extrakční elektroda a zavřená cela – zapnutá extrakční elektroda, v nastavených časových intervalech. V přepínání jednotlivých stavů automat pokračuje, dokud není zastaven uživatelem. Probíhá-li depozice, není možné měnit depoziční časy.

Manuální mód

V případě manuálního ovládání zařízení, lze stisknutím levého tlačítka otevřít efuzní celu (rozsvítí se zelená LED). Opětovným stisknutím se cela uzavře (LED zhasne). Stisknutím pravého tlačítka dojde k sepnutí extrakční elektrody iontového zdroje (rozsvítí se žluté LED). Opětovným stisknutím se elektroda vypne (LED zhasne).

Signalizace poruchy

System je připojený na dvě optobrány, kontrolující krajní polohy clony efuzní cely. Pokud z jakéhokoliv důvodu nedosáhne manipulátor krajní polohy (zadření osy, přetržení řemene,...), dojde k zablokování ovladače. Poruchový stav je indikován kontinuálním pípáním.

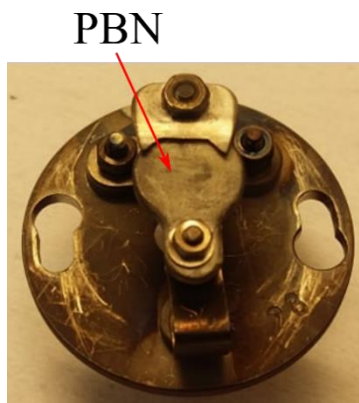
4 MĚŘENÍ STUDENÉ EMISE Z GAN KRYSTALŮ

Součástí této práce byla příprava GaN krystalů za různých fyzikálních podmínek, vhodných pro studium studené emise. Příprava vzorků proběhla v laboratoři na Ústavu fyzikálního inženýrství. Vzorky byly připraveny modifikovanou metodou IBA-MBE (1.2.1). Důležitými parametry přípravy jsou, časy depozic gallia (t_{Ga}) a dusíkových iontů (t_{N}), toky částic gallia ($I_{\text{kolimátor}}$) a dusíkových iontů (j_{N}), teplota substrátu při jednotlivých depozicích ($T_{\text{Ga}}, T_{\text{N}}$) a tlak v komoře při jednotlivých depozicích ($p_{\text{Ga}}, p_{\text{N}}$). Všechny vzorky byly před depozicí žháný déle než dvě hodiny při teplotě $T_{\text{žhání}} < 550$ °C. Nedílnou součástí procesu přípravy GaN je také vhodná volba substrátu.

Naším cílem bylo pokusit se měřit studenou emisi elektronů z GaN nanokrystalů na Cu fólii s CVD grafenem. Dalšími substráty byly, Cu fólie bez grafenu, Si substrát s vrstvou SiO₂ (285 nm) s grafenem a Si substrát s nativní vrstvou SiO₂ (2 nm) s grafenem.

4.1 GaN na Cu fólii s grafenem

Prvním ze substrátů použitým v této práci byl CVD grafen připravený na Cu fólii. Substrát byl připraven v laboratoři na Ústavu fyzikálního inženýrství. Z Cu folie byl ustřižen vzorek 8x8 mm². Takto připravený substrát byl očištěn izopropylalkoholem (IPA) a acetonem. Po očištění byl substrát upnut na nosič vzorků (paletku) užívaný v UHV aparatuře pro depozici GaN nanokrystalů. Substrát je na paletce uložen na topné tělísko z pyrolytického nitridu boru (PBN), které slouží pro ohřev vzorku. Ohřev je realizován průchodem elektrického proudu tělískem. Na obr. 25 je zobrazena fotografie paletky.



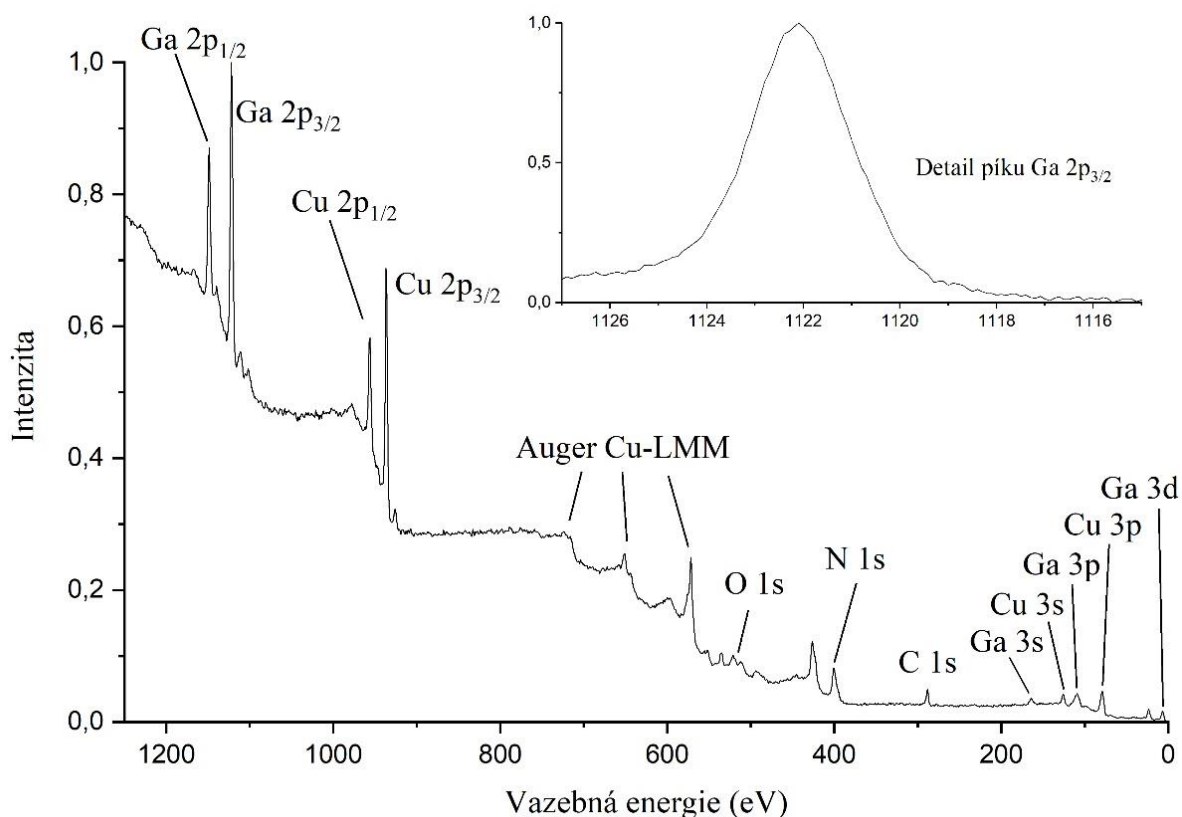
Obr. 25: Fotografie paletky používané pro depozici ve vakuové aparatuře.

Parametry depozice GaN na připravený substrát jsou uvedeny v tab. 4.1.

Vzorek 1			
Substrát	CVD grafen na Cu fólii		
Depozice Ga		Nitridace	
$T_{\text{Ga}} =$	100 °C	$T_{\text{N}} =$	200 °C
$t_{\text{Ga}} =$	2 h	$t_{\text{N}} =$	4 h
$I_{\text{kolimátor}} =$	77 nA	$j_{\text{N}} =$	1000 nA/cm ²
$p_{\text{Ga}} =$	$1,3 \cdot 10^{-7}$ Pa	$E_{\text{iont}} =$	50 eV
		$p_{\text{N}} =$	$5,6 \cdot 10^{-5}$ Pa

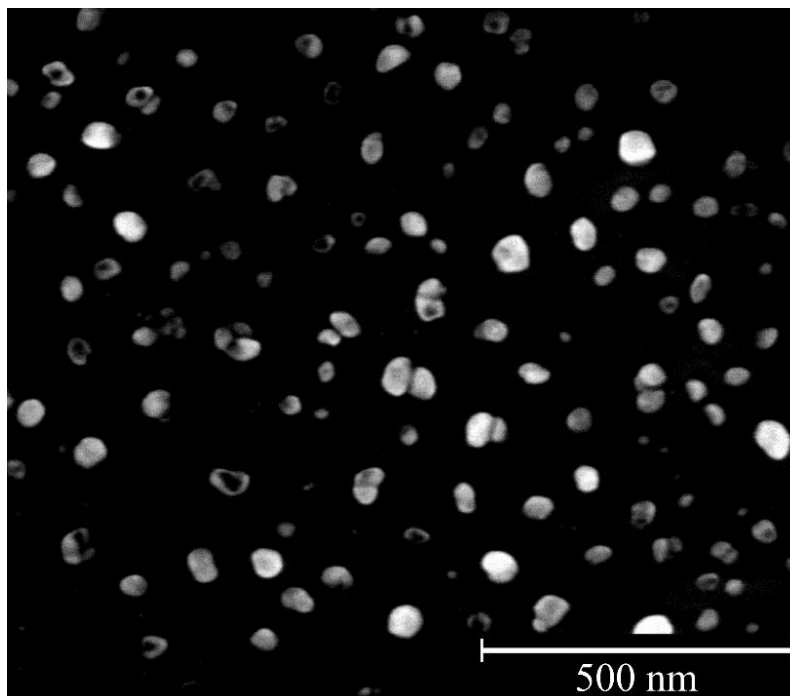
Tab. 4.1: Parametry depozice GaN na Cu fólii s grafenem.

Po dokončení depozice GaN krystalů byla provedena analýza složení povrchu vzorku užitím rentgenové fotoelektronové spektroskopie XPS (*X-ray photoelectron spectroscopy*). Přehledové spektrum spolu s detailem píku Ga 2p_{3/2} je zobrazeno na obr. 26. Na přehledovém spektru jsou nejvýraznější píky v oblastech vazebné energie gallia a mědi. Rovněž je zde patrný pík v oblasti uhlíku, což naznačuje přítomnost grafenu na povrchu. V pravém horním rohu obr. 26 je zobrazen detail píku Ga 2p_{3/2}. Je zde patrné posunutí tohoto píku od vazebné energie 1120 eV směrem k vyšším vazebným energiím o 1,4 eV, které je typické pro vazbu Ga-N. Toto posunutí tedy potvrzuje úspěšnou nitridaci gallia a vznik GaN.



Obr. 26: Spektrum XPS vzorku GaN na Cu fólii s grafenem.

Pomocí analýzy metodou rastrovací elektronové mikroskopie SEM (*scanning electron microscopy*) byly na povrchu pozorovány krystaly GaN s typickými ostrými hranami a bez přítomnosti kulatých kapek, jež by byly příznakem gallia. Absence kulatých kapek gallia potvrzuje úspěšnou nitridaci a závěry učiněné na základě XPS spektra. Snímek z elektronového mikroskopu je zobrazen na obr. 27.



Obr. 27: SEM snímek GaN na Cu fólii s grafenem.
Pořízeno na SEM mikroskopu Verios 460L.

4.2 GaN na Cu fólii

Jako další substrát pro studium studené emise z GaN nanokrystalů byla použita Cu fólie. Fólie byla před depozicí očištěna IPA a acetonem. Parametry depozice jsou uvedené v tab. 4.2.

Vzorek 4			
Substrát	Cu fólie		
Depozice Ga		Nitridace	
$T_{\text{Ga}} =$	100 °C	$T_{\text{N}} =$	200 °C
$t_{\text{Ga}} =$	2 h	$t_{\text{N}} =$	4 h
$I_{\text{kolimátor}} =$	77,2 nA	$j_{\text{N}} =$	1000 nA/cm ²
$p_{\text{Ga}} =$	$1,7 \cdot 10^{-7}$ Pa	$E_{\text{iont}} =$	50 eV
		$p_{\text{N}} =$	$5,7 \cdot 10^{-5}$ Pa

Tab. 4.2: Parametry depozice GaN na Cu fólii.

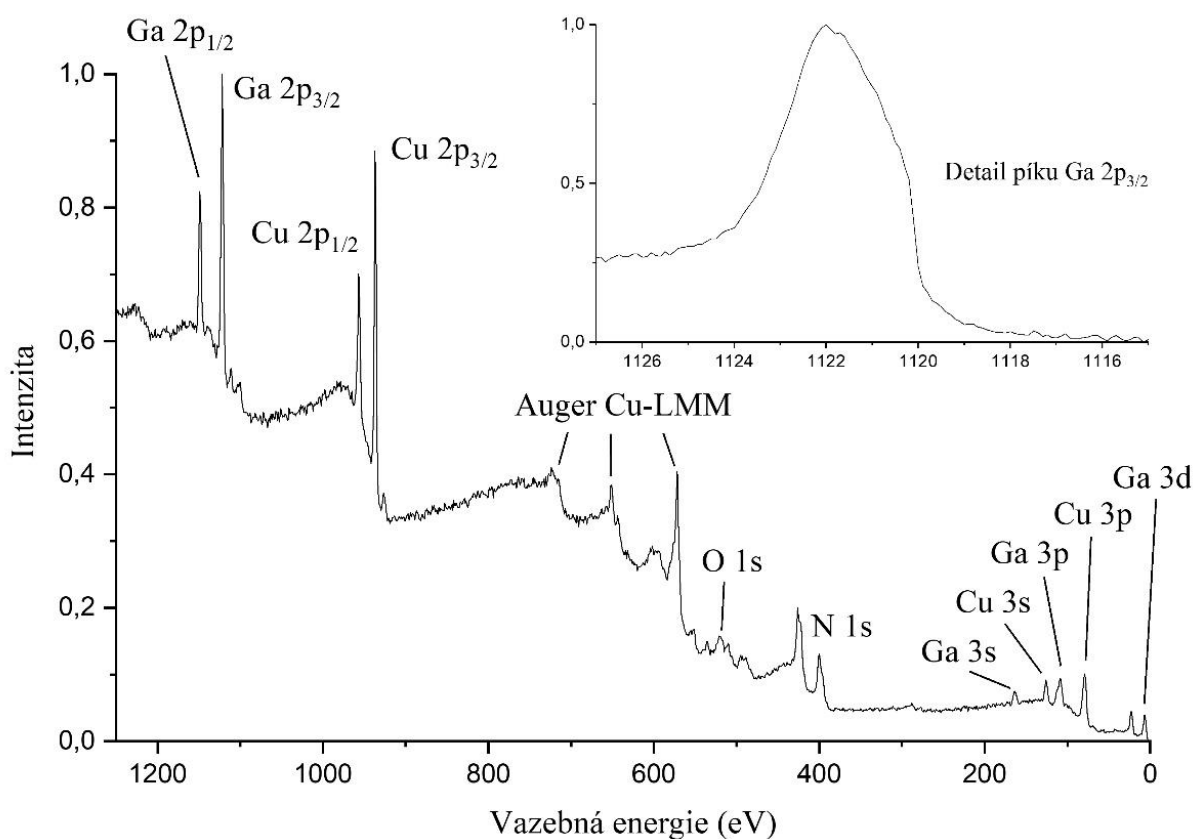
Po dokončení depozice a vyjmutí vzorku z aparatury měla měděná fólie zlatavou barvu (obr. 28). Jelikož fólie nebyla pokryta grafenem, který standartně brání kontaktu mědi a gallia předpokládáme, že se část deponovaného gallia rozpustila do mědi a vytvořila slitinu Cu-Ga, která má právě zlatavou barvu.



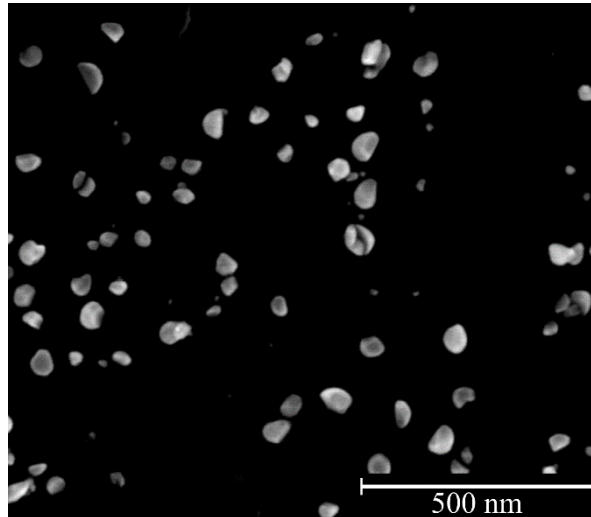
Obr. 28: Snímek vzorku GaN na Cu fólii.

Na obr. 29 je zobrazeno přehledové XPS spektrum a detail píku Ga 2p_{3/2}. Jsou zde výrazné píky v oblastech vazebné energie gallia, mědi a dusíku. Při srovnání spekter na obr. 29 a obr. 26 je u tohoto vzorku evidentní vyšší intenzita píků Cu 2p_{1/2} a Cu 2p_{3/2}. Rovněž je zřetelná absence píku v oblasti vazebné energie 284 eV. Na obr. 29 je dále zobrazený detail píku Ga 2p_{3/2}. Posunutí tohoto píku směrem k vyšší energii ukazuje na přítomnost Ga-N vazby. Pravděpodobně nedošlo k úplnému rozpuštění veškerého deponovaného gallia do mědi.

Na obr. 30 je zobrazen snímek vzorku GaN na Cu fólii pořízený metodou SEM. Na snímku jsou zřetelné krystaly GaN což potvrzuje domněnku, že se všechno gallium nerozpustilo do mědi, ale že na povrchu zůstaly kapky, které pak mohly být nitridovány. Při srovnání snímků na obr. 30 a obr. 27 je pak zřetelný rozdíl v hustotě pokrytí substrátů. Tato skutečnost je pak další oporou domněnky, že se část gallia rozpustila do mědi a na povrchu tedy zbylo menší množství, které mohlo být nitridováno.



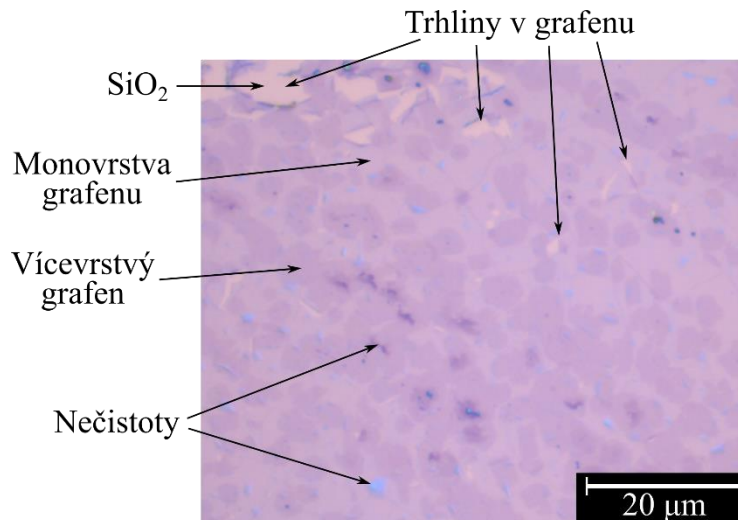
Obr. 29: Spektrum XPS vzorku GaN na Cu fólii.



Obr. 30: SEM snímek GaN na Cu fólii.
Pořízeno na SEM mikroskopu Verios 460L.

4.3 GaN na Si substrátu s vrstvou SiO₂ (285 nm) pokrytém grafenem

Pro ověření, zdali je studená emise z GaN krystalů způsobená grafenovým substrátem, byla provedena depozice GaN na CVD grafen, přeneseným tzv „mokrým přenosem“ na Si substrát s 285 nm SiO₂. Tento substrát byl zvolen zejména proto, že tak silná vrstva SiO₂ umožňuje pozorovat grafen v optickém mikroskopu a ověřit tak úspěšný přenos grafenu a zhodnotit jeho kvalitu. Snímek grafenu na SiO₂ substrátu pořízený užitím optického mikroskopu je zobrazen na obr. 31.



Obr. 31: Snímek CVD grafenu na Si substrátu s SiO₂ (285 nm) před depozicí.
Pořízeno pomocí optickém mikroskopu.

Na snímku je vidět částečné pokrytí substrátu grafenem a značné množství trhlin. Trhliny v grafenu, pod kterými je odkrytý substrát (SiO₂), vznikají zejména při přenosu CVD grafenu. Dále můžeme na snímku pozorovat silně zastoupený vícevrstvý grafen. Ke vzniku vícevrstvého grafenu dochází již při růstu grafenu na Cu fólii, případně může dojít k překrytí (např. skladům) během přenosu. Na povrchu je rovněž přítomno značné množství nečistot, v případě tmavých

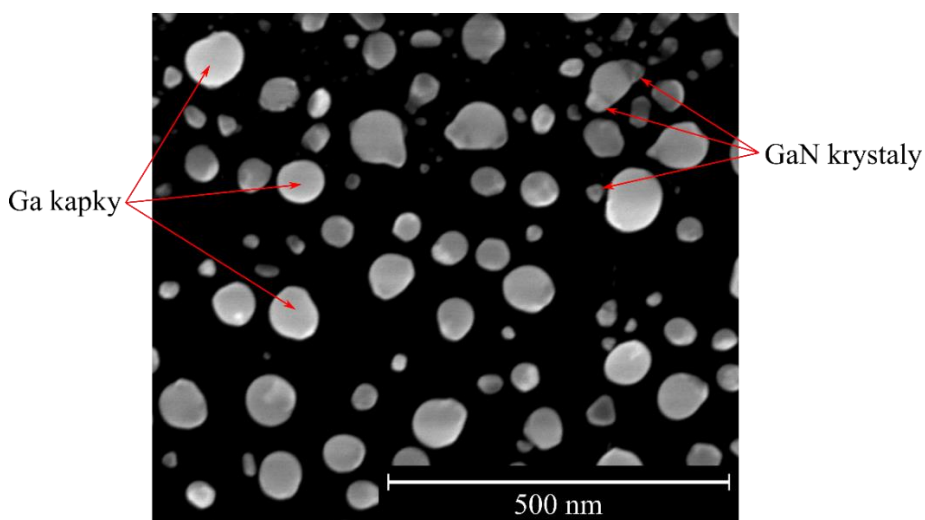
skvrn může jít například o prachová zrna a v případě světle modrých skvrn se domníváme, že jde o zbytky PMMA (polymethylmethakrylát), který se používá při přenosu jako opora a ochrana grafenu. Připravený substrát byl očištěn IPA a acetonem, upnut do paletky (obr. 25) a byla provedena depozice GaN. Parametry depozice jsou uvedeny v tab. 4.3.

Vzorek 2			
Substrát	CVD grafen (mokrý přenos) na Si (100) P dopovaný (fosfor) s 285 nm vrstvou SiO ₂		
Depozice Ga		Nitridace	
$T_{\text{Ga}} =$	100 °C	$T_{\text{N}} =$	200 °C
$t_{\text{Ga}} =$	2 h	$t_{\text{N}} =$	3 h
$I_{\text{kolimátor}} =$	77 nA	$j_{\text{N}} =$	1000 nA/cm ²
$p_{\text{Ga}} =$	$1,5 \cdot 10^{-7}$ Pa	$E_{\text{iont}} =$	50 eV
		$p_{\text{N}} =$	$5,5 \cdot 10^{-5}$ Pa

Tab. 4.3: Parametry depozice GaN na Si s SiO₂ (285 nm) pokrytém grafenem.

Jelikož je SiO₂ nevodivý materiál, nebylo by možné vzorek při měření XPS spektra řádně uzemnit a docházelo by tak k jeho nabíjení. Spektrum změřené za těchto podmínek by bylo neprůkazné, a proto u tohoto vzorku nebylo XPS spektrum změřeno a pro analýzu povrchu byly pořízeny pouze snímky metodou SEM. Snímek vzorku je zobrazen na obr. 32.

Na obr. 32 je patrné, že gallium není zcela nitridované. Je zde vidět veliké množství kulatých kapek jež jsou typické pro samotné gallium. Na okrajích některých kapek gallia jsou patrné ostré hrany tvořících se nanokrystalů GaN a jsou zde přítomné i drobné, plně nitridované nanokrystaly GaN, nicméně je zřejmé, že většina gallia nebyla nitridována. Domníváme se, že nízká úroveň nitridace má dvě příčiny. Jednou z nich je krátký depoziční čas dusíkových iontů ($t_{\text{N}} = 3$ h). Druhou a významnější příčinou je nabíjení nevodivého substrátu. Při nitridaci (dopadu kladných iontů na povrch vzorku) dochází k nabíjení povrchu na kladný potenciál. Tento potenciál pak vychyluje přilétající ionty dusíku a zabraňuje tak nitridaci.



Obr. 32: SEM snímek GaN na CVD grafenu na Si s 285 nm SiO₂. Pořízeno na SEM mikroskopu Verios 460L.

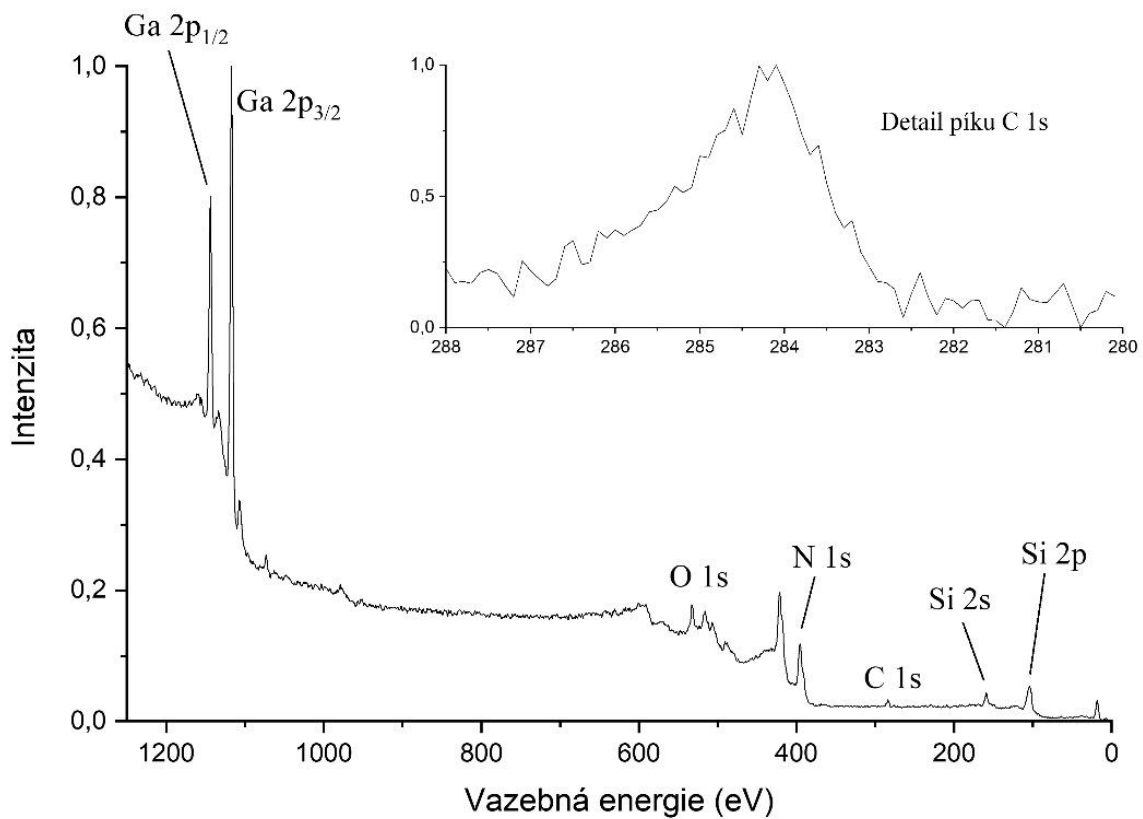
4.4 GaN na Si substrátu s nativní vrstvou SiO₂ (2 nm) pokrytém grafenem

Dalším použitým substrátem byl CVD grafen přenesený na Si s nativní vrstvou SiO₂ (2 nm). Na tak tenké vrstvě SiO₂ není grafen viditelný v optickém mikroskopu a je obtížné ověřit přítomnost grafenu na substrátu. Na rozdíl od substrátu použitého pro vzorek 4.3, je však tento substrát vodivý a jsou tedy eliminovány problémy spojené s nabíjením substrátu při depozici a měření XPS spektra. Substrát byl očištěn IPA a acetonem, upnut do paletky (obr. 25) a byla provedena depozice GaN. Parametry depozice jsou uvedeny v tab. 4.4.

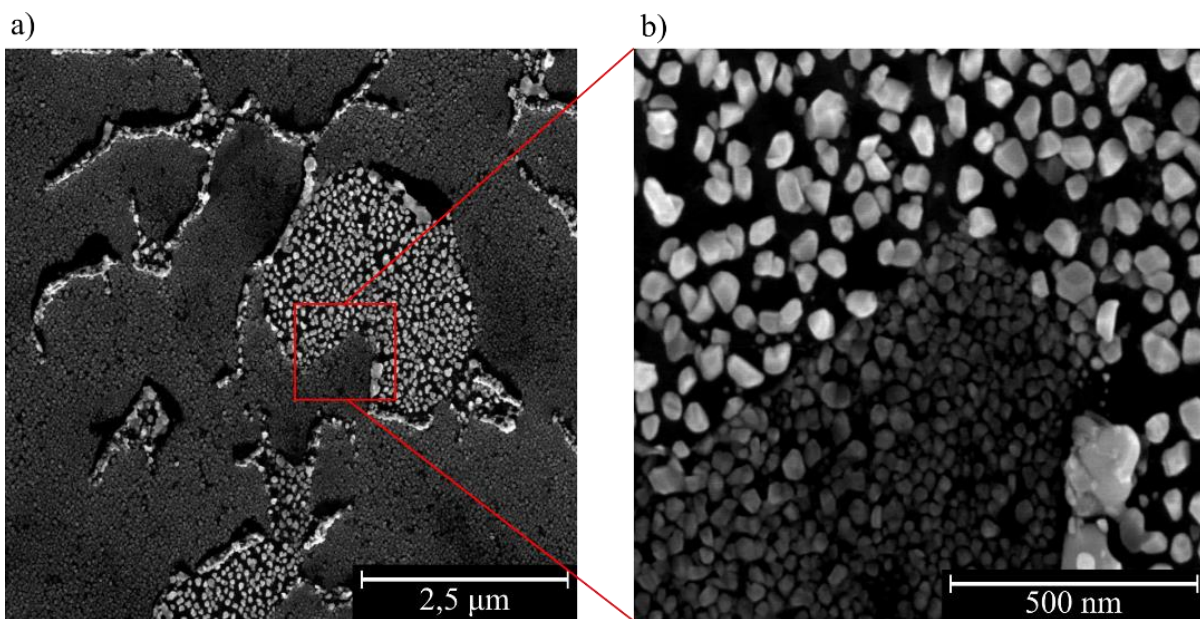
Vzorek 3			
Substrát	CVD grafen (mokrý přenos) na Si (100) P dopovaný (fosfor) s nativní (2 nm) vrstvou SiO ₂		
Depozice Ga		Nitridace	
$T_{\text{Ga}} =$	100 °C	$T_{\text{N}} =$	200 °C
$t_{\text{Ga}} =$	2 h	$t_{\text{N}} =$	4 h
$I_{\text{kolimátor}} =$	78 nA	$j_{\text{N}} =$	1000 nA/cm ²
$p_{\text{Ga}} =$	$1,4 \cdot 10^{-7}$ Pa	$E_{\text{iont}} =$	50 eV
		$p_{\text{N}} =$	$5,6 \cdot 10^{-5}$ Pa

Tab. 4.4: Parametry depozice GaN na Si s nativní vrstvou 2 nm SiO₂ pokrytém grafen.

Po depozici GaN bylo změřeno XPS spektrum, které je spolu s detailem píku C 1s zobrazeno na obr. 33. Na přehledovém spektru jsou výrazné píky v oblastech vazebné energie gallia, kyslíku, dusíku, křemíku a uhlíku, což odpovídá použitému substrátu a deponovanému materiálu. Detail píku C 1s ukazuje maximum intenzity signálu na hodnotě vazebné energie 284 eV což naznačuje přítomnost grafenu. Na obr. 34 jsou zobrazeny dva snímky vzorku pořízené metodou SEM. Na snímku a) jsou zřetelné dvě morfologie substrátu. Na detailnějším snímku b) jde vidět, že tmavší oblasti vzorku jsou pokryty menšími krystaly s velikou hustotou pokrytí, zatímco světlejší oblasti obsahují větší krystaly při menší hustotě pokrytí. Domníváme se, že v případě světlých oblastí jde o místa SiO₂ pokrytá grafenem a tmavší oblasti jsou samotný SiO₂. Gallium má na grafenu větší difúzní délku než na SiO₂. Takže při depozici gallia na povrch grafenu cestuje gallium po povrchu a spojuje se do větších kapek, zatímco při depozici na povrch SiO₂ se gallium zastaví mnohem dříve a vznikají tak hustě rozesté drobné kapičky. Shluky na snímku a) podobné prasklinám jsou pravděpodobně smotané útržky grafenu. K poškození grafenového substrátu došlo pravděpodobně při přenosu grafenu na křemíkový substrát. Nicméně absence kulatých kapek gallia ukazuje na úspěšnou nitridaci.



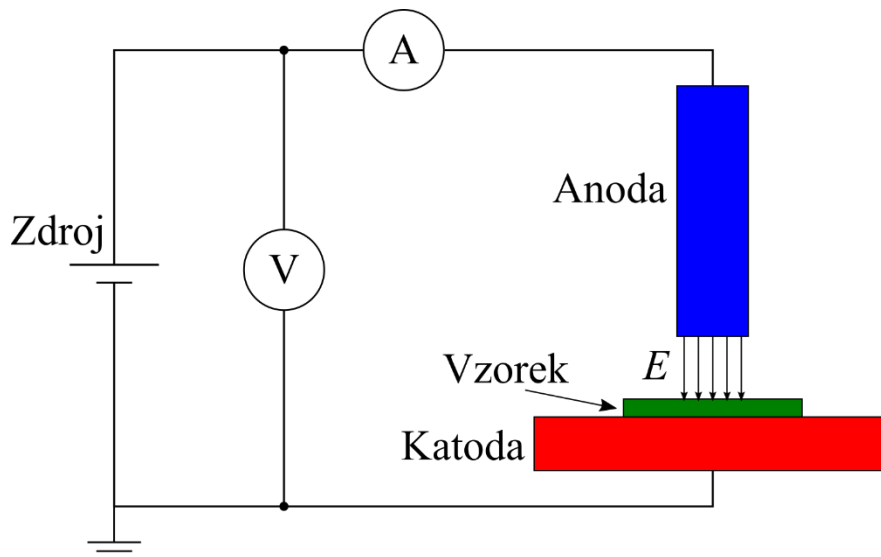
Obr. 33: Spektrum XPS vzorku GaN na Si s nativní vrstvou SiO₂ (2 nm) pokrytém grafenem.



Obr. 34: a) SEM snímek GaN na CVD grafenu na Si s nativní vrstvou SiO₂, b) detail. Pořízeno na SEM mikroskopu Verios 460L.

4.5 Měření studené emise

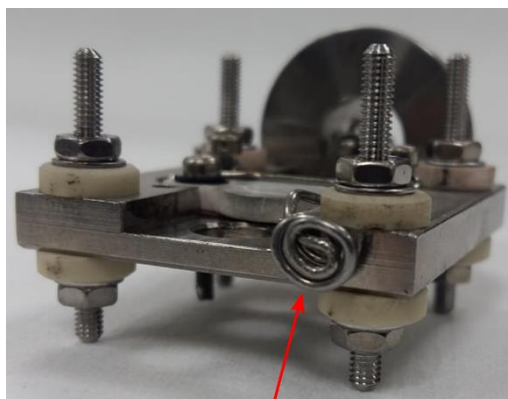
Měření studené emise proběhla v laboratoři na Ústavu fyzikálního inženýrství. K měření bylo použito zařízení vyvinuté a zkonstruované na Ústavu fyzikálního inženýrství Ing. Stanislavem Horákem [22]. Na obr. 35 je zobrazeno schematické uspořádání experimentu měření studené emise.



Obr. 35: Schéma experimentálního uspořádání měření studené emise.

Během měření je na anodu a katodu zdrojem přivedeno vysoké napětí (~ 2 kV), které je měřeno voltmetrem. Se vzrůstajícím napětím roste intenzita elektrického pole na povrchu vzorku. Tím dochází ke snížení potenciálové bariéry prostřednictvím mechanismu popsaného v kapitole 2.2. Při dostatečně vysoké intenzitě se bariéra natolik zúží, že elektrony skrz ni začnou tunelovat a dochází tak ke studené emisi. Obvodem začne protékat emisní proud, který je měřen mikro-ampérmetrem. Získaná data jsou dále zpracována podle Fowler-Nordheimovi teorie (kapitola 2.3.1). Aby se zamezilo srážkám emitovaných elektronů s atomy a molekulami mezi katodou a anodou, je nutné všechna měření provádět v prostředí UHV. Pro ověření, že se skutečně jedná o emisní proud, se po proměření vzorku prohodí polarita katody a anody a měření se zopakuje. Při této polaritě by měl být změřen nulový proud, případně hodnoty na úrovni šumu (desetiny μA).

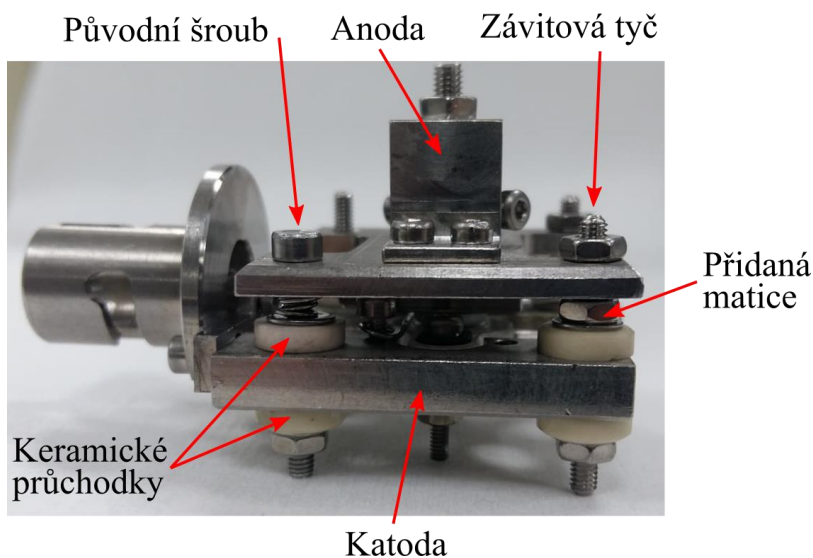
Před započítáním samotného měření bylo potřeba zkontrolovat funkčnost měřící aparatury. Aparatura byla kompletně rozebrána a optimalizována. Optimalizace spočívala ve výměně kontaktu na katodě, aby byla zajištěna větší styčná plocha s kontaktem manipulátoru a tím zajištěna větší spolehlivost měření. Na obr. 36 je zobrazena fotografie katody měřící paletky používané pro měření studené emise a námi realizovaného kontaktu pomocí drátu smotaného do spirály.



Kontaktní spirála

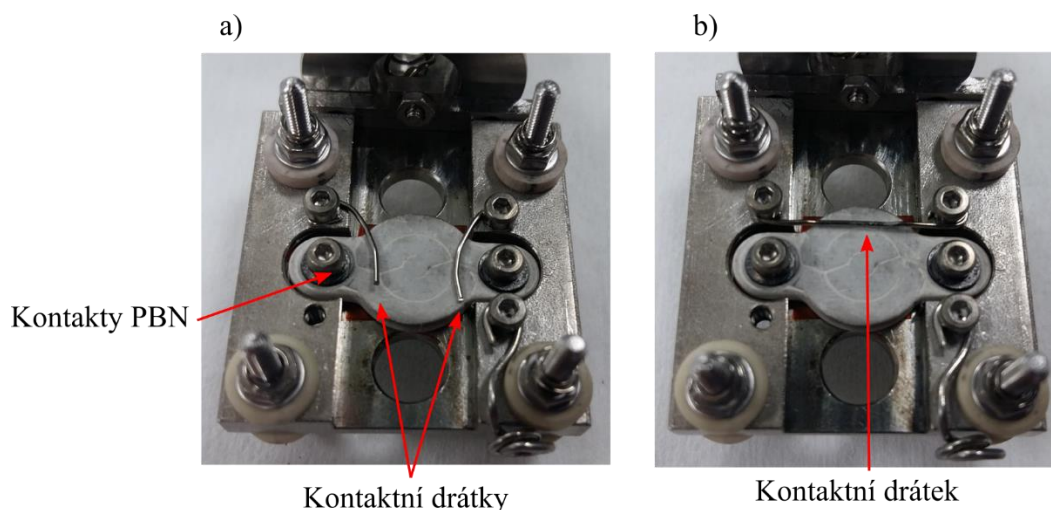
Obr. 36: Kontaktní spirála pro zajištění větší styčné plochy kontaktu s manipulátorem.

Další úprava spočívala ve výměně čtyř šroubů spojujících katodu a anodu. V původním řešení byl spoj zajištěn šrouby viz obr. 37 což způsobovalo komplikace při výměně vzorku, kdy docházelo k uvolnění všech osmi keramických průchodek. Z tohoto důvodu byly šrouby nahrazeny závitovými tyčemi a mezi anodu a keramické průchodky byly přidány matice. Nyní se při zakládání vzorku povolí pouze čtyři horní matice závitových tyčí, a pak je možné sundat anodu, aniž by došlo k uvolnění keramických průchodek.



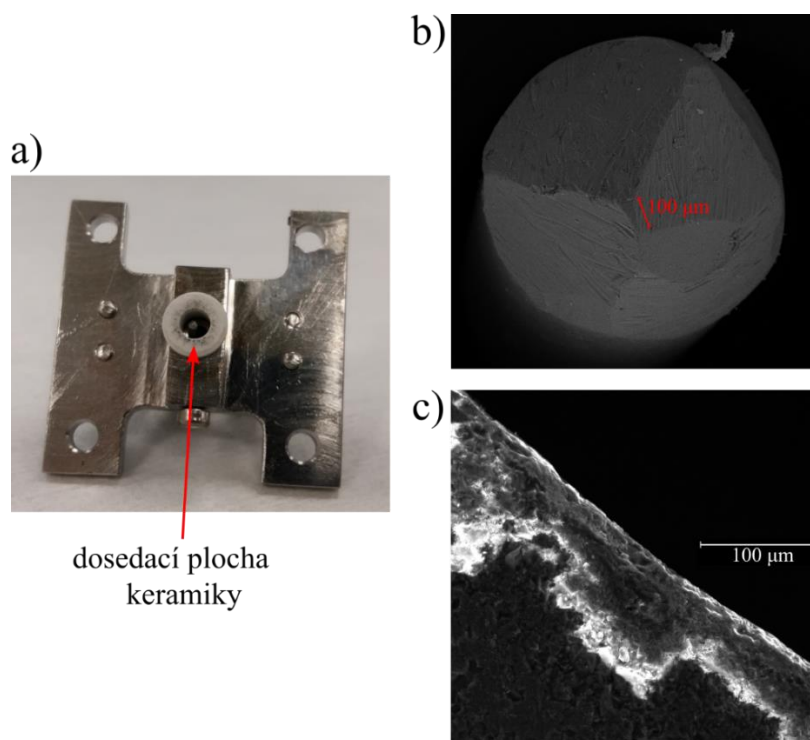
Obr. 37: Kompletní měřicí paletka. Výměna šroubů za závitové tyče.

Poslední úpravou provedenou na paletce byla výměna drátků kontaktujících katodu paletky a vzorek uložený na PBN. Při měření studené emise je nutné uzemnit měřený vzorek. Toto uzemnění je zprostředkováno právě kontaktem vzorku s uzemněnou katodou. V původním řešení byly ke kontaktu použity dva samostatné drátky spojené s katodou každý jedním šroubem viz obr. 38 a). Toto uspořádání komplikovalo uložení zejména malých vzorků. Z tohoto důvodu byly původní drátky nahrazeny jedním drátkem upnutým dvěma šrouby viz obr. 38 b).



Obr. 38: a) Původní drátky kontaktující vzorek a katodu paletky, b) nový kontaktní drátek.

Po provedení výše zmíněných úprav bylo nutné zjistit vzdálenost hrotu anody od dosedací plochy keramické průchody. Pro stanovení vzdálenosti, byly na elektronovém mikroskopu pořízeny snímky anody, kdy nejprve byl mikroskop zaostřen na hrot (obr. 39 b)) a poté na několika místech na keramiku (obr. 39 c)). Z rozdílu pracovních vzdáleností pak byla určena vzdálenost hrotu jako $l = 164 \pm 9 \mu\text{m}$. Dále bylo přistoupeno k samotnému měření studené emise.

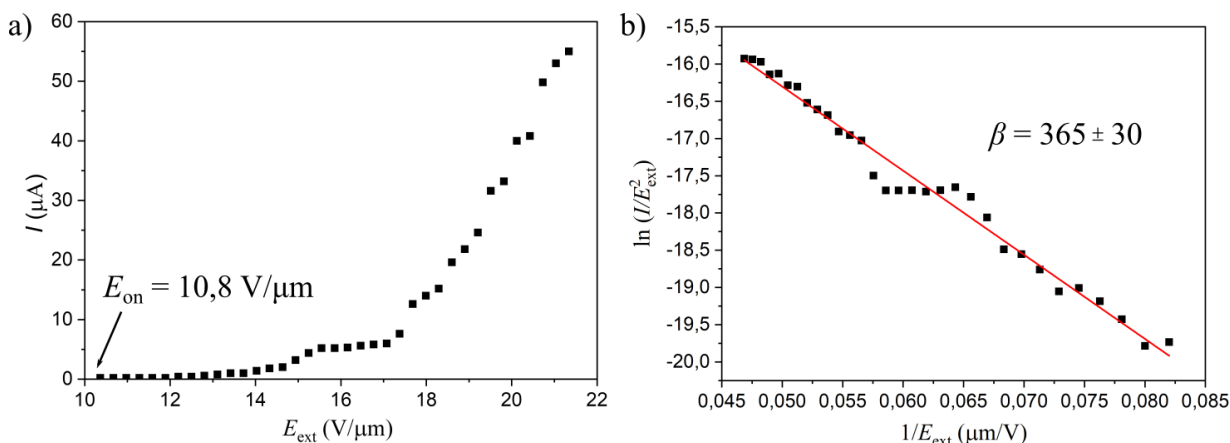


Obr. 39: a) Anoda s hrotem, b) SEM snímek hrotu, c) SEM snímek keramiky. Pořízeno na SEM mikroskopu Vega.

Všechna měření probíhala v prostředí UHV za tlaku $p < 10^{-7}$ Pa. Vzorky byly žíhány při teplotě $T = 200$ °C po dobu $t = 2$ h. Po vyžhání byly vzorky ponechány 2 h v aparatuře, aby vychladly na pokojovou teplotu.

4.5.1 Studená emise – GaN na Cu fólii s grafenem

Prvním měřeným vzorkem byly GaN krystaly na Cu fólii s grafenem. U vzorku byla úspěšně změřena studená emise. Graf závislosti emisního proudu na intenzitě externího elektrického pole a hodnota spouštěcího napětí jsou zobrazeny na obr. 40 a). Po zpracování naměřených dat podle F-N teorie (kap. 2.3.2) byla určena hodnota faktoru zesílení jako $\beta = 365 \pm 30$ a F-N graf spolu s hodnotou faktoru zesílení jsou zobrazeny na obr. 40 b). Tato hodnota odpovídá hodnotám naměřeným Ing. Horákem, který pro část svých vzorků GaN krystalů na CVD grafenu na Cu fólii určil hodnotu faktoru zesílení jako $\beta = 220 - 500$ [22].



Obr. 40: a) Závislost emisního proudu na intenzitě externího elektrického pole pro GaN krystaly na Cu fólii s grafenem, b) F-N určená z grafu a).

4.5.2 Studená emise – GaN na Si s vrstvou SiO_2 (285 nm) pokrytém grafenem

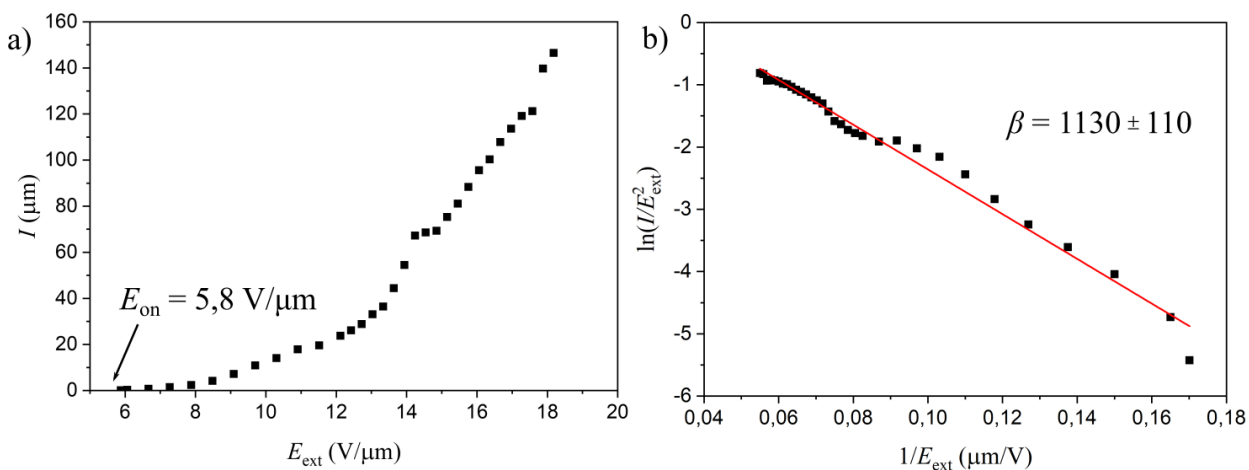
Vzorek GaN krystaly na CVD grafenu na Si s vrstvou SiO_2 (285 nm) nevykazoval emisní proud a při obou polaritách měření dosahoval měřený proud pouze hodnot v řádech desetin mikro ampérů (šum). Vzhledem k malému množství GaN krystalů na povrchu vzorku není tento výsledek překvapivý. Negativní vliv na studenou emisi může mít také nevodivost substrátu, která komplikuje kontaktování krystalů a jejich uzemnění, nutné pro měření studené emise. Z těchto důvodů byl substrát Si s vrstvou SiO_2 (285 nm) označen jako nevhodný pro studium studené emise z GaN nanokrystalů.

4.5.3 Studená emise – GaN na Si s vrstvou SiO_2 (2 nm) pokrytém grafenem

Vzorek GaN krystaly na CVD grafenu na Si s vrstvou SiO_2 (2 nm) nevykazoval emisní proud. Není jisté, jestli je absence emisního proudu způsobena tím, že GaN krystaly na CVD grafenu na SiO_2 nejsou schopny emise nebo nízkou hustotou pokrytí vzorku. V kapitole 4.4 věnované přípravě tohoto vzorku je diskutovaný obr. 34. Z obrázku je patrná nízká kvalita použitého substrátu, kde většina SiO_2 není pokrytá grafenem. Pro zhodnocení, zdali je tento substrát vhodný pro studium studené emise bude zapotřebí zlepšení techniky přenosu grafenu, tak aby bylo zajištěno lepší pokrytí. Tento substrát bude předmětem dalšího zkoumání.

4.5.4 Studená emise – GaN na Cu fólii

Posledním měřeným vzorkem byly GaN krystaly na Cu fólii. Vzorek vykazoval emisní proud. Graf závislosti emisního proudu na intenzitě externího elektrického pole pro tento vzorek spolu s hodnotou spouštěcího napětí jsou zobrazeny na obr. 41 a). Po zpracování naměřených dat podle F-N teorie (kap. 2.3.2) byla určena hodnota faktoru zesílení jako $\beta = 1130 \pm 110$ a F-N graf s hodnotou faktoru zesílení jsou zobrazeny na obr. 41 b). Takto vysoká hodnota faktoru zesílení je povzbuzující pro použití tohoto materiálu jako zdroje elektronů.



Obr. 41: a) Závislost emisního proudu na intenzitě externího elektrického pole pro GaN krystaly na Cu fólii,
b) F-N určená z grafu a).

ZÁVĚR

V bakalářské práci je nejprve čtenář seznámen se základními vlastnostmi a aplikacemi GaN spolu s metodami přípravy GaN nanostruktur. Dále byla v práci rozebrána teorie elektronové emise a provedena rešeršní studie zabývající se polovodičovými materiály s potenciálem pro opticky spínanou emisi.

Hlavním cílem této práce byla automatizace zdrojů pro depozici GaN nanostruktur. Byl proveden návrh a konstrukce zařízení umožňujícího automatické ovládání clony galliové efuzní cely a spínání iontově atomárního zdroje dusíku. Zařízení nyní bude podrobeno testování.

Experimentální část se věnovala studiu studené emise u vzorků GaN nanokrystalů připravených na různých substrátech. Tato práce navazuje na práci Ing. Stanislava Horáka [22]. Tyto vzorky byly připraveny metodou IBA-MBE na Ústavu fyzikálního inženýrství VUT v Brně. Byla provedena analýza složení a povrchu vzorků metodami XPS a SEM a následně byly u vzorků měřeny charakteristiky studené emise. GaN krystaly na substrátu Si s vrstvou SiO₂ 285 nm se nepodařilo připravit, jelikož při depozici pravděpodobně došlo k nabití povrchu a k následnému vychýlení svazku dusíkových iontů. Tento vzorek nevykazoval studenou emisi elektronů. U grafenu na Si substrátu s nativní vrstvou SiO₂ (2 nm) byla zjištěna nízká kvalita přeneseného grafenu, jež měla za následek vznik velikého množství drobných GaN nanokrystalů přímo na vrstvě SiO₂. Vzorek nevykazoval studenou emisi, avšak z důvodu nízké kvality grafenu, není možné učinit jasný závěr, je-li tento substrát vhodný pro studium studené emise či nikoliv a substrát bude předmětem dalšího zkoumání. U vzorku GaN nanokrystalů na Cu fólii s grafenem byla úspěšně změřena studená emise. Koeficient zesílení byl určen jako $\beta = 365 \pm 30$. Jako nejlepší byl shledán vzorek GaN nanokrystalů na Cu fólii. Koeficient zesílení byl v případě tohoto vzorku určen jako $\beta = 1130 \pm 110$. Takto vysoký koeficient zesílení je srovnatelný s koeficientem určeným pro GaN nanotyčinky [30], GaN nanopiramidy [31] a ZnO nanovlákná [32]. Tento vzorek se jeví jako vhodný kandidát pro konstrukci elektronového zdroje.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] RAIS-ZADEH, M., *et al.* Gallium Nitride as an Electromechanical Material. *Journal of Microelectromechanical Systems* [online]. IEEE, 2014, **23**(6), 1252-1271 [cit. 2019-03-31]. DOI: 10.1109/JMEMS.2014.2352617. ISSN 1057-7157.
- [2] MOHAMMAD, S. N., MORKOC, H.: Progress and prospects of group-III nitride semiconductors. *Progress in Quantum Electronics*, 20 (5-6) (1996), p. 361-525.
- [3] AKASAKI, I. and AMANO, H. Crystal Growth and Conductivity Control of Group III Nitride Semiconductors and Their Application to Short Wavelength Light Emitters. *Japanese Journal of Applied Physics* [online]. 1997, **36**(Part 1, No. 9A), 5393-5408 [cit. 2019-03-31]. DOI: 10.1143/JJAP.36.5393. ISSN 0021-4922.
- [4] KARAS, G. V. New developments in crystal growth research. *Nova Science Publishers*. 2005. ISBN 9781594545399
- [5] ZHU, T. a OLIVER, R. A. Unintentional doping in GaN. *Physical chemistry chemical physics*. 2012, 14(27), 9558-9573. DOI: 10.1039/C2CP40998D.
- [6] ČALKOVSKÝ, V. *Deposition and characterization of GaN nanocrystals with a metal core*. [Master thesis]. Brno: VUT, FSI, 2018. 81 p.
- [7] AKASAKI, I., AMANO, H. and NAKAMURA, S. Efficient blue light-emitting diodes leading to bright and energy-saving white light sources. *Nature Physics*. 2014, (10), 791-799. DOI: doi:10.1038/nphys3147.
- [8] AKASAKI, I., AMANO, H., and NAKAMURA, S.: The Nobel Prize in Physics 2014. *The Royal Swedish Academy of Science*, 2014. [online] Link: https://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/2014/press.html.
- [9] WATSON, S., *et al.*, InGaN/GaN Laser Diodes and their Applications, *2018 20th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON)*, Bucharest, 2018, pp. 1-4. doi: 10.1109/ICTON.2018.847386
- [10] JEWETT, S. A., *et al*: Gallium nitride is biocompatible and non-toxic before and after functionalization with peptides. *Acta Biomaterialia*, 8 (2), 2012, s. 728-733.
- [11] HUSNAIN, G., *et al*: Characterization of n-GaN dilute magnetic semiconductors by cobalt ions implantation at high-fluence. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 324 (5), 2012, s. 797-801.
- [12] SHUR, M. S.: GaN-based Electronic Devices, p. 61.-85., [online] Link: <http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?arnumber=1504293>.
- [13] MORRESI, L. Molecular Beam Epitaxy (MBE). MURRI, R. *Silicon Based Thin Film Solar Cells*. 2013, s. 81-107. ISBN 978-1-60805-518-0.
- [14] MACH, J. *Vývoj a aplikace UHV zařízení pro depozice tenkých vrstev (Atomární a iontové svazkové systémy)*. [Diplomová práce]. Brno: VUT, FSI, 2010. 107 s.
- [15] HALLIDAY, D., RESNICK, R., WALKER, J. *Fyzika. Svazek 2. 2. přepracované vydání*. Brno: VUTIUM, 2013. 1248 s. ISBN 978-80-214-4123-1.
- [16] WOOTEN, F. and STUART, R. N. Fowler's hypothesis and the determination of photoemission thresholds. *Physics Review*, 186:592-593, 1969.

- [17] XIANFENG, L.: *Field electron emission from diamond and related films synthesized by plasma enhanced chemical vapor deposition*. [Doctoral thesis]. Department of Physics and Engineering Physics, University of Saskatchewan, Saskatoon 2006.
- [18] SCHWOEBEL, P. and BRODIE, I. Field electron emission from metals. *Field Emission in Vacuum Microelectronics. Microdevices*. Boston: Springer, 2005, p. 1-17. ISBN 978-0-387-27419-5.
- [19] TYAGI, M. S. Physics of Schottky Barrier Junctions. *Metal-Semiconductor Schottky Barrier Junctions and Their Applications*. Boston: Springer, 1984, p. 1-60. ISBN 978-1-4684-4655-5.
- [20] FOWLER, R. H. and NORDHEIM, L. Electron Emission in Intense Electric Fields. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* [online]. 1928, 119(781), 173-181 [cit. 2019-05-05]. DOI: 10.1098/rspa.1928.0091. ISSN 1364-5021.
- [21] BRODIE, I. and MURAY, J. J. *The physics of micro/nano-fabrication*. New York: Plenum Press, 1992, 650 s. ISBN 0-306-44146-2.
- [22] HORÁK, S. *Optimalizace zařízení pro měření studené emise elektronů z povrchu gan nanokrystalů*. [Diplomová práce]. Brno: VUT, FSI, 2018. 91 s.
- [23] SODHA, M. S., DIXIT, A. and SRIVASTAVA, S. Photoelectric field emission of electrons: Photon assisted tunneling. *Applied Physics Letters* [online]. American Institute of Physics, 2009, 94(25) [cit. 2019-03-19]. DOI: 10.1063/1.3158595. ISSN 0003-6951.
- [24] KHER, S., *et al.* Experimental verification of light induced field emission. *Applied Physics Letters* [online]. American Institute of Physics, 2010, 96(4) [cit. 2019-03-19]. DOI: 10.1063/1.3293297. ISSN 0003-6951.
- [25] CHEN, CH., *et al.* Enhanced field emission of well-aligned ZnO nanowire arrays illuminated by UV. *Chemical Physics Letters* [online]. Elsevier B.V, 2010, 490(4), 176-179 [cit. 2019-04-26]. DOI: 10.1016/j.cplett.2010.03.033. ISSN 0009-2614.
- [26] KEALHOFER, C. *et al.* Ultrafast laser-triggered emission from hafnium carbide tips. *Phy. Rev. B*. Jul 2012, 86 p. 035405. doi:10.1103/PhysRevB.86.035405. Dostupné z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.86.035405>.
- [27] TAFEL, A., RISTEIN, J. and HOMMELHOFF, P. Femtosecond laser-induced electron emission from nanodiamond-coated tungsten needle tips [online]. 2019 [cit. 2019-04-26].
- [28] SURYAWANSHI, S. R., *et al.* Low frequency noise and photo-enhanced field emission from ultrathin PbBi₂Se₄ nanosheets. *Journal of Materials Chemistry* [online]. 2016, 4(5), 1096-1103 [cit. 2019-04-26]. DOI: 10.1039/c5tc02993g. ISSN 2050-7526.
- [29] YAGHOUBI, P. *Laser-induced electron emission from arrays of carbon nanotubes*. [Doctor thesis]. University of British Columbia. 2012. Retrieved from <https://open.library.ubc.ca/collections/ubctheses/24/items/1.0072733>

- [30] YAMASHITA, T., HASEGAWA, S. and NISHIDA, S. Electron field emission from GaN nanorod films grown on Si substrates with native silicon oxides. *Applied Physics Letters*. 2005, 86(8), 1-3. DOI: 10.1063/1.1869549.
- [31] SHAW, H., CHOWDHURY, J. and WEIMANN N. Electron field emission from GaN nanotip pyramids. *MRS Proceedings*. 2003, 798, 798. DOI: 10.1557/PROC-798-Y4.2.
- [32] XU, C., SUN, X. W. and CHEN, B. J. Field emission from gallium-doped zinc oxide nanofiber array. *Applied Physics Letters*. 2004, 84(9), 1540-1542. DOI: 10.1063/1.1651328.

SEZNAM PŘÍLOH

Přílohy přiložené k práci

- Kompletní výkresová dokumentace

Číslo výkresu	Název součásti
IPE-BT-001	Spojka
IPE-BT-002	Řemenice čepu
IPE-BT-003	Řemenice elektromotoru
IPE-BT-004	Kostra horní díl
IPE-BT-005	Kostra spodní díl
IPE-BT-006	Nosník

Přílohy na CD

- BP-Daniel_Simek.pdf – elektronická verze bakalářské práce.
- Kompletní výkresová dokumentace
- Ovládací software