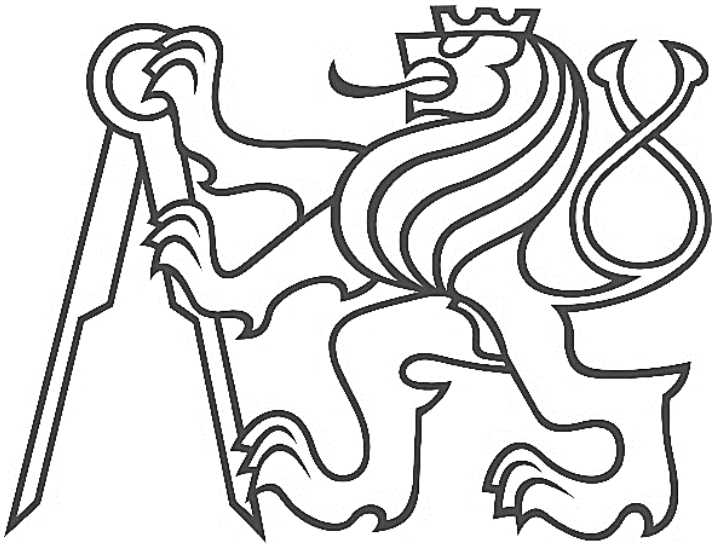
České vysoké učení technické

Fakulta elektrotechnická

Katedra elektrotechnologie



NEVODIVÉ TENKÉ VRSTVY VYTVOŘENÉ NAPRAŠOVÁNÍM

NON-CONDUCTIVE THIN FILM LAYERS PREPARED BY SPUTTERING

Diplomová práce

Vypracovala: Eva Horynová

Vedoucí práce: Ing. Ivana Beshajová Pelikánová, PhD.

Rok vypracování: 2017

Studijní program: Elektrotechnika, energetika a management

Studijní obor: Technologické systémy

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Horynová** Jméno: **Eva** Osobní číslo: **406219**

Fakulta/ústav: **Fakulta elektrotechnická**

Zadávající katedra/ústav: **Katedra elektrotechnologie**

Studijní program: **Elektrotechnika, energetika a management**

Studijní obor: **Technologické systémy**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Nevodivé tenké vrstvy vytvořené naprašováním

Název diplomové práce anglicky:

Non conductive thin film layers prepared by sputtering

Pokyny pro vypracování:

1. Napište stručné pojednání o vlastnostech dielektrických materiálů zaměřené především na tenké vrstvy.
2. Popište tenkovrstvé technologie. Podrobněji se zaměřte na naprašování nevodivých materiálů.
3. Připravte vzorky tenkovrstvých testovacích struktur. Změřte jejich parametry a vyhodnoťte je.

Seznam doporučené literatury:

[1] WASA, Kiyotaka, KITABATAKE, Makoto, ADACHI, Hideaki: Thin film materials technology: sputtering of compound materials. Norwich, Heidelberg, 2004
[2] BERRY, Robert W., HALL, Peter M., HARRIS, Murray T.: Thin film technology. Van Nostrand, 1968
[3] CINERT, Jakub: Vlastnosti naprašovaných dielektrických vrstev. Bakalářská práce, ČVUT ? FEL, Praha 2008

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

Ing. Ivana Beshajová Pelikánová Ph.D., katedra elektrotechnologie FEL

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **20.02.2017** Termín odevzdání diplomové práce: _____

Platnost zadání diplomové práce: do 7.9.2018

Podpis vedoucí(ho) práce | Podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry | Podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomantka bere na vědomí, že je povinna vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

11.4.2017

Datum převzetí zadání | Podpis studentky

© ČVUT v Praze, Design: ČVUT v Praze, VIC

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracovala samostatně a že jsem uvedla veškeré použité informační zdroje v souladu s Metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací.

V Praze dne ....

Eva Horynová

Poděkování

Poděkování patří hlavně vedoucí mé práce Ing. Ivaně Beshajové Pelikánové, PhD. za odborné vedení a ochotu a trpělivost při vytváření praktické části této práce. Dále Bc. Petrovi Veselému za pomoc s obsluhou elektronového mikroskopu a v neposlední řadě mé rodině za finanční a morální podporu.

Obsah

1 Úvod ... 9
2 Dielektrické vlastnosti materiálů ... 11
2.1 Rozdělení látek ... 11
2.2 Definice dielektrika ... 12
2.2.1 Polarizace ... 12
2.2.2 Polární dielektrika ... 14
2.2.3 Nepolární dielektrika ... 14
2.2.4 Dipólový moment ... 15
2.2.5 Permitivita ... 16
2.2.6 Kapacita ... 17
2.2.7 Dielektrické ztráty ... 18
3 Tenkovrstvé technologie ... 19
3.1 Definice tenké vrstvy ... 19
3.2 Tvorba tenkých vrstev ... 19
3.2.1 Obecný průběh tvorby ... 19
3.3 Způsoby výroby ... 20
3.3.1 CVD ... 21
3.3.2 Napařování ... 21
3.3.3 Naprašování ... 23
3.3.4 Struktura vrstvy ... 27
4 Praktická část ... 30
4.1 Použité materiály ... 31
4.1.1 Skleněná podložka ... 31
4.1.2 Hliník ... 31
4.1.3 Korund ... 31
4.2 Výroba ... 31
4.2.1 Napařování ... 31
4.2.2 Naprašování ... 33
4.3 Vyrobené vzorky ... 34
4.4 Měření ... 34
4.4.1 Měření kapacity a ztrátového činitele ... 34
4.4.2 Měření tloušťky ... 35
4.5 Optická analýza ... 38
4.5.1 Elektronový mikroskop ... 38
4.5.2 Optický mikroskop ... 39
4.6 Výsledky ... 39

4.6.1 Kapacita 39
4.6.2 Ztrátový činitel 47
4.6.3 Tloušťka 48
4.6.4 Optická analýza 49
5 Závěr 53
6 Bibliografie 55
Seznam obrázků 57
Seznam tabulek 58
Seznam grafů 58
7 Přílohy 60
7.1 Tabulky 60
7.1.1 Naměřené kapacity 60
7.1.2 Změna kapacity v čase 67
7.1.3 Ztrátový činitel 68
7.2 Grafy 70
7.2.1 Naměřené kapacity 70
7.2.2 Měření ztrátového činitele 79

Anotace

Práce pojednává o nevodivých tenkých vrstvách, které byly vytvořeny naprašováním. Nejdříve se věnuje teoretickému rozboru toho, co je to dielektrický materiál a jaké jsou vlastnosti tenkých dielektrických vrstev. Poté se zaměřuje na techniku nanášení tenkých vrstev, zejména na naprašování. V praktické části byly vytvořeny testovací vzorky (kondenzátory v kombinaci Al – Al_2O_3 – Al). U těchto vzorků byly proměřeny jejich vlastnosti, jako je kapacita, změna kapacity v čase a ztrátový činitel. Byly vypočteny průměrné hodnoty kapacity při různých podmínkách depozice a poté byl porovnán vliv těchto podmínek na výslednou vrstvu. Také byla z kapacity vypočtena tloušťka, která bylo poté porovnána s naměřenou. Jako další proběhlo zkoumání vrstvy pomocí skenovacího elektronového mikroskopu a jednotlivé vzorky byly prozkoumány pomocí optického mikroskopu. Na snímcích z optického mikroskopu byla změřena velikost jednotlivých zrn a byl porovnán vliv výkonu při depozici na velikost zrn.

Klíčová slova

tenké vrstvy; dielektrikum; dielektrické materiály; polarizace; kapacita; ztrátový činitel; naprašování; vysokofrekvenční magnetronové naprašování; napařování; Al_2O_3; korund

Annotation

The thesis focuses on non-conductive thin film layers prepared by sputtering. First of all the attention is drawn to the theoretical analysis about what is dielectric material and what are dielectric properties of thin film layers and the next part is focused on ways to prepare thin film layers, especially by sputtering. In practical part the test samples (capacitors Al – Al_2O_3 – Al) were prepared and their properties, such as capacity, change of capacity in time and loss tangent, were measured. Average capacity values were calculated and then the evaluation of influence of different deposition condition was made. Also the thickness of layers was calculated from capacity and then compared to measured thickness. Next the observation of thin film layer by scanning electron microscope was made and then the test samples was observe by optical microscope. Images obtained from optical microscope were used to measure grain sizes and in the next step influence of different deposition conditions on these sizes was evaluated.

Key words

thin film layers; dielectric; dielectric materials; polarization; capacity; loss tangent; sputtering; rf magnetron sputtering; evaporation; Al_2O_3; corundum

1 Úvod

Cílem této práce je popsat a prozkoumat naprašování tenkých nevodivých vrstev. Teoretická část má být zaměřená na dielektrické vlastnosti materiálů a jak z těchto materiálů vytvořit tenké vrstvy. Praktická část se skládá z výroby vzorků těchto vrstev a následného zkoumání jejich vlastností.

První teoretická část se zabývá dielektrickými vlastnostmi materiálů, kdy nejdříve je uvedeno základní rozdělení všech látek a poté už je věnován bližší pohled těm, kterými se tato práce má zabývat, tedy pevnými dielektriky. Je zde vysvětleno, co vlastně pojem dielektrikum znamená, co je to polarizace a její jednotlivé druhy a po těchto základech se práce zabývá konkrétními vlastnostmi dielektrik a to jaké vlastnosti mají, pokud jsou ve formě tenkých vrstev.

Druhá teoretická část je zaměřena na tenké vrstvy, je vymezen pojem tenké vrstvy a poté je popsán průběh tvorby těchto vrstev. Následně je uvedeno jakými způsoby, lze tenké vrstvy vytvořit a jednotlivé způsoby jsou zde popsány. Vzhledem k tomu, že tato práce se zabývá naprašováním, je mu věnována největší pozornost a jsou vysvětleny principy jednotlivých druhů naprašování. Nakonec je pozornost věnována stručnému popisu některých z vlastností tenkých vrstev.

Praktická část začíná popisem jednotlivých materiálů a přístrojů použitých při výrobě vzorků a v návaznosti na to je uvedeno, jaké vzorky byly vytvořeny. V další podkapitole je uvedeno jakým způsobem se vzorky testovaly a jaké přístroje jsou na to použité.

Poté se práce již zaměřuje na naměřené výsledky, ze všeho nejdříve na kapacitu. Je zde popsáno, jak probíhalo měření kapacity, jaké problémy se vyskytly při proměřování vzorků a jejich řešení. Také jsou uvedeny některé zajímavé vlastnosti, které byly při měření pozorovány, a nakonec je vyhodnoceno porovnání kapacit při různých podmínkách depozice a jaký vliv tyto podmínky mají na výslednou vrstvu. Co se týče kapacity, jsou zde ještě uvedeny výsledky měření změny kapacity po 14 dnech.

Jako další je pozornost zaměřena na ztrátový činitel. Zde proběhl pokus o porovnání ztrátového činitele kondenzátorů na jedné podložce a také byla sledována závislost velikosti ztrátového činitele na frekvenci.

Posledním způsobem, jak vrstvy byly zkoumány, bylo pomocí elektronového a optického mikroskopu. Elektronový mikroskop umožnil v podstatě jen pohled na to, že byla nanesena vrstva Al_2O_3. Optický mikroskop dovolil náhled na jednotlivé

kondenzátory i vrstvy jako celek. Bylo díky němu také možné prozkoumat zajímavé vzorky, které se (často nedopatřením) během experimentu podařilo vytvořit. Také proběhlo měření velikosti zrn při různých podmínkách depozice.

2 Dielektrické vlastnosti materiálů

2.1 Rozdělení látek

Veškeré látky lze dělit z několika různých hledisek. Nejčastěji se rozdělují dle skupenství a pro tuto práci bude zajímavé ještě rozdělení dle vodivosti, a proto zde budou uvedeny tyto dvě rozdělení.

- dle skupenství
  - **pevné** – za běžných podmínek zachovávají tvar a objem; částice těchto látek jsou vázány v pevných polohách, okolo kterých kmitají
    - *krystalické* – částice jsou v pravidelném uspořádání
      - polykrystalické – složeny ze zrn; uvnitř zrn jsou částice upořádané, ale zrna jsou umístěna náhodně; izotropní[1]
      - monokrystalické – rozložení částic se periodicky opakuje a je stejné v celém objemu; anizotropní[2]
    - *amorfní* – částice nejsou pravidelně uspořádány; izotropní
  - **kapalné** – za běžných podmínek zachovávají objem; tvar podle nádoby; částice jsou blízko sebe; nejsou vázány v pevných polohách a mají mezi sebou vazby
  - **plynné** – za běžných podmínek zachovávají objem; tvar podle nádoby; částice jsou daleko od sebe; nejsou vázány v pevných polohách a nemají mezi sebou vazby
  - **plazma** – ionizovaný plyn; volné nosiče náboje; kvazineutrální[3]; kolektivní chování[4]

Dalším kritériem, dle kterého je možné látky dělit je jejich vodivost, což je schopnost látky vést elektrický proud. To je způsobeno pohybem elektronů mezi energetickými hladinami atomu a tento jev je u pevných látek popsán jejich pásovou teorií.

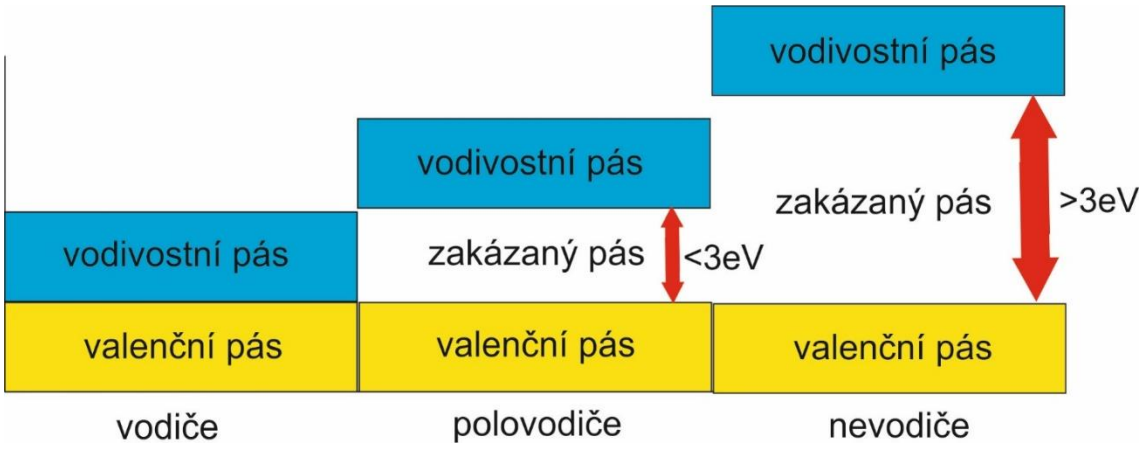
Pásová teorie říká, že energetické hladiny atomu lze rozdělit do tří pásů – valenčního, zakázaného a vodivostního. Valenční pás je poslední elektrony plně obsazený pás a vodivostní je první neobsazený. Mezi nimi leží zakázaný pás, který musí

[1] ve všech směrech mají stejné fyzikální vlastnosti
[2] v různých směrech různé fyzikální vlastnosti – závislé na uspořádání krystalů
[3] na venek vypadá jako neutrální – počet kladných a záporných částic je přibližně shodný
[4] částice ovlivňují jiné na poměrně velkou vzdálenost

elektron překonat, aby se dostal z jednoho pásu do druhého a látka začala vést proud. Aby vůbec tento jev nastal, je třeba látku vystavit působení elektrického pole, které způsobí to, že elektronům je dodána energie a oni začnou přecházet mezi jednotlivými pásy.

To, jak velkou energii je třeba elektronu dodat, aby přešel mezi jednotlivými pásy, tj. aby překonal zakázaný pás, je závislé na šířce zakázaného pásu – čím je zakázaný pás širší, tím větší energii je třeba dodat. Na obrázku lze vidět rozložení jednotlivých pásů, a jak se liší šířka zakázaného pásu dle toho, jakého druhu látka je.

- dle vodivosti
  - **vodiče** – šířka zakázaného pásu je nulová (valenční a vodivostní pás se překrývají)
  - **polovodiče** – šířka zakázaného pásu není nenulová, ale je menší než 3eV
  - **nevodiče** – šířka zakázaného pásu je větší než 3eV



Obr. 1 Pásová teorie pevných látek

Dle těchto rozdělení se práce bude zabývat pevnými nevodiči, i když nejdříve budou probrána dielektrika obecně.

2.2 Definice dielektrika

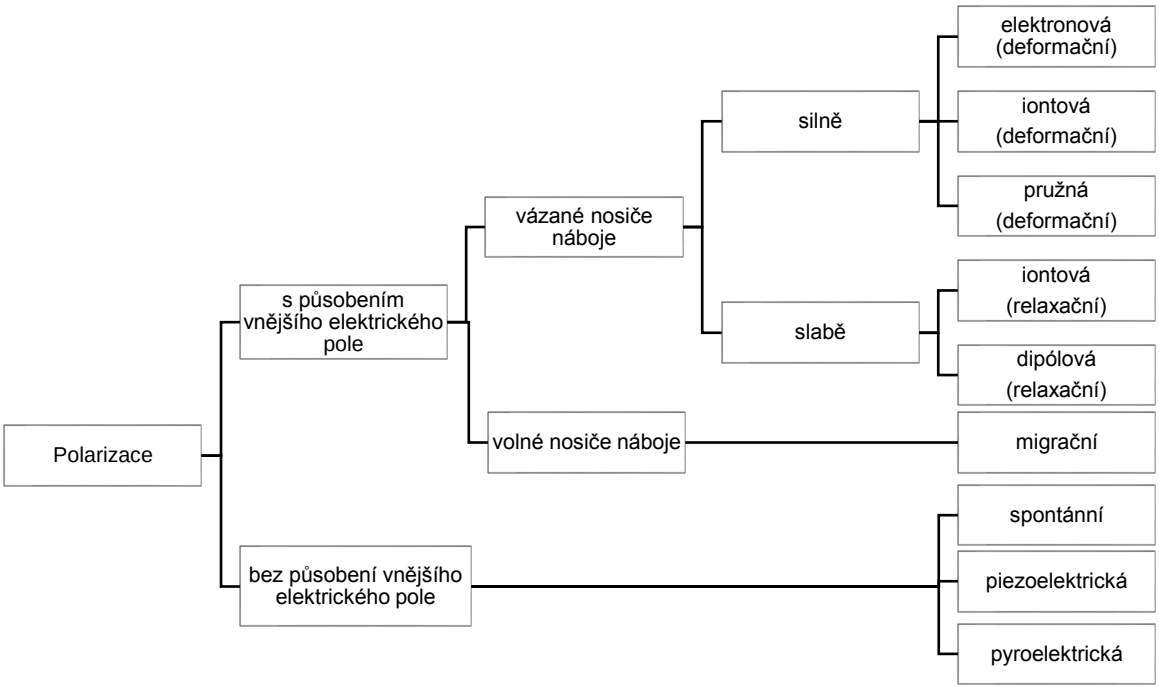
Dielektrikum je látka, která pokud je vložena do elektrického pole, tak má schopnost polarizace. Aby tato definice byla jasná, tak je třeba osvětlit termín polarizace a tomu se bude věnovat následující kapitola.

2.2.1 Polarizace

Polarizace dielektrika je jev, který nastává, když je dielektrikum vloženo do elektrického pole a uvnitř něj se atomy či molekuly přeskupí tak, že elektrony se posunou směrem ke kladné polaritě elektrického pole (neposunou se ale o tolik, aby došlo

k průchodu proudu) a tím se vytvoří vnitřní elektrické pole, které má vždy opačnou polaritu než vnější pole. Kombinací těchto dvou polí vznikne výsledné elektrické pole, které má vždy velikost menší než původní. Poměr velikosti intenzity těchto dvou polí je známý jako relativní permitivita (viz kapitola 2.2.5)

Polarizace může probíhat různými způsoby a většinou v každé látce probíhá několik druhů polarizací. To jak je možné polarizace dělit lze vidět na následujícím schématu (dle (1)).



2.2.1.1 Deformační polarizace

Deformační polarizace se vyskytuje u látek, které mají silně vázané nosiče náboje a tudíž, když dojde k vložení elektrického pole, tak dochází jen k malému posunutí. To ale neznamená, že změna permitivity je malá, protože je posunuto velké množství nábojů. Tím, že se nosiče náboje posunují jen o nepatrnou vzdálenost, tak je ustálení polarizace velice krátké a stejně tak navrácení do původních poloh po vyjmutí z elektrického pole a celá polarizace je bezeztrátová. (1)

2.2.1.2 Relaxační polarizace

Relaxační polarizace se liší od deformační tím, že se týká slabě vázaných nosičů. K polarizaci v tomto případě nedochází ihned, ale celý proces nějakou dobu trvá a tento

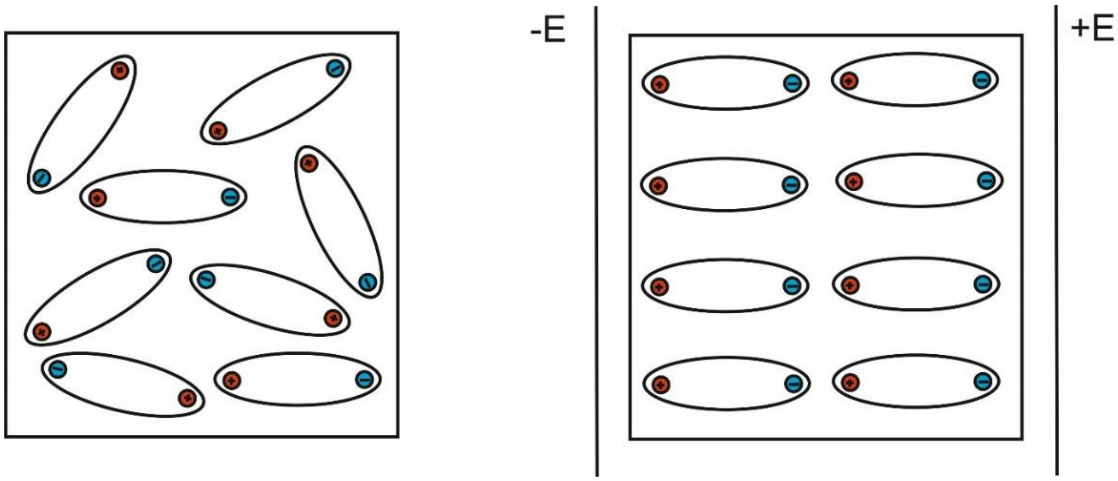
děj se dá popsat pomocí exponenciály, která se blíží k ustálenému stavu polarizace. Také, na rozdíl od předchozího případu, v tomto dochází k výrazně většímu posunutí nosičů náboje. Tím, že jsou nosiče náboje slabě vázané, je posunutí značně ovlivněno jejich tepelným pohybem. Posledním rozdílem je, že tato polarizace je ztrátová. (1)

2.2.1.3 Migrační polarizace

Migrační polarizace se od obou předchozích liší tím, že se jí účastní volné nosiče náboje. Aby se tak mohlo stát, je nutné, aby materiál v sobě měl makroskopické nehomogenity. Okolo těch se totiž zachytávají již zmíněné volné náboje a vytváří se posunutí celkového elektrického náboje. Tato polarizace je z uvedených tří nejpomalejší a stejně jako relaxační je ztrátová. (1)

2.2.2 Polární dielektrika

Polární dielektrikum je takové, jehož kladný a záporný náboj nemají společný střed a mají tedy vlastnosti elektrického dipólu i bez působení vnějšího pole. Jak takový dipól vypadá, lze vidět na Obr. 4. Také je možné vidět na Obr. 2, že jsou neuspořádané. Klasickým příkladem polárního dielektrika je voda.

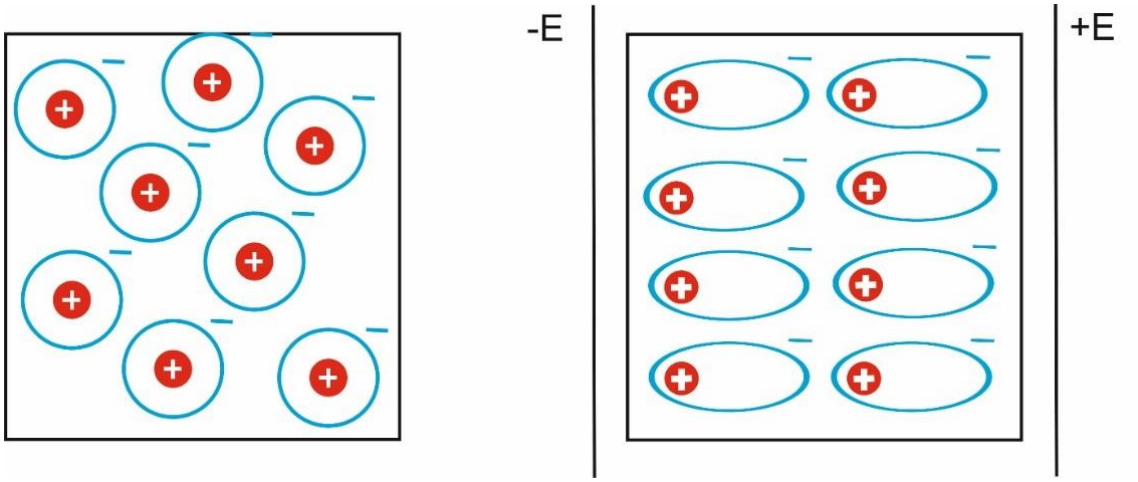


Obr. 2 Polární dielektrikum

Když se látka vloží do elektrického pole, tak proběhne polarizace. To v tomto případě znamená, že jednotlivé dipóly se srovnají tak, že jejich konec s kladným nábojem míří k záporné straně elektrického pole a konec se záporným nábojem ke straně kladné, jak je vidět na Obr. 2. (2)

2.2.3 Nepolární dielektrika

V případě nepolárního dielektrika je situace taková, že kladný a záporný náboj mají společný střed – netvoří tedy dipóly.



Obr. 3 Nepolární dielektrikum

Poté, co je nepolární dielektrikum vloženo do elektrického pole, tak se kladný náboj začne přitahovat k záporné straně pole a záporný náboj ke kladné. Tímto způsobem vznikne podobná situace jako v případě polárního dielektrika. (2)

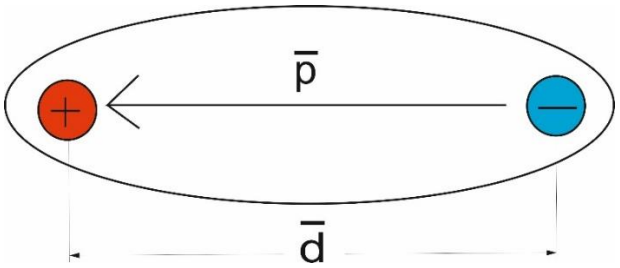
2.2.4 Dipólový moment

Dipólový moment je veličina, která popisuje nerovnoměrné rozdělení náboje v atomu. Značí se p a lze ho zjisti ze vzorce:

$$\boldsymbol{p} = q * \boldsymbol{d} = \alpha * \boldsymbol{E_L} \qquad (1)$$

kde **p** je dipólový moment (D); q je náboj (C); **d** je vzdálenost středů kladného a záporného náboje (m); α je polarizovatelnost ($F*m^2$) a $\mathbf{E_L}$ je intenzita elektrického pole ($V*m^{-1}$)

Z tohoto je možné odvodit, že v případě nepolárních dielektrik bez působení vnějšího elektrického pole, bude dipólový moment nulový, protože vzdálenost středů kladného a záporného náboje bude nulová. V případě polárních dielektrik bude mít dipólový moment velikost podle toho, jak velký je daný náboj a jaká je vzdálenost středů nábojů. Například dipólový moment vody je $6{,}13 * 10^{-30}$ C*m = 1,8 D. (1)



Obr. 4 Dipólový moment

2.2.5 Permitivita

Permitivita, je jedním z hlavních parametrů každého dielektrika. Udává to, jaká je schopnost daného materiálu skladovat energii, pokud je na něj přivedeno elektrické pole. Každá látka má schopnost v sobě skladovat energii, jen některé ji mají lepší než jiné. Tento rozdíl mezi látkami se vyjadřuje jako relativní permitivita (dříve nazývaná dielektrická konstanta), což je, jak bylo řečeno dříve, poměr výsledného elektrického pole ku vnějšímu poli. Značí se ε a pokud by bylo dielektrikem jen vakuum $\varepsilon = \varepsilon_0 = 8{,}854*10^{-12}$ F/m. Relativní permitivita se potom značí ε_r a permitivitu každého materiálu je možné zjistit jako součin permitivity vakua a relativní permitivity. Relativní permitivita je vždy větší než jedna, protože každý materiál má větší schopnost skladování náboje než vakuum. (1)

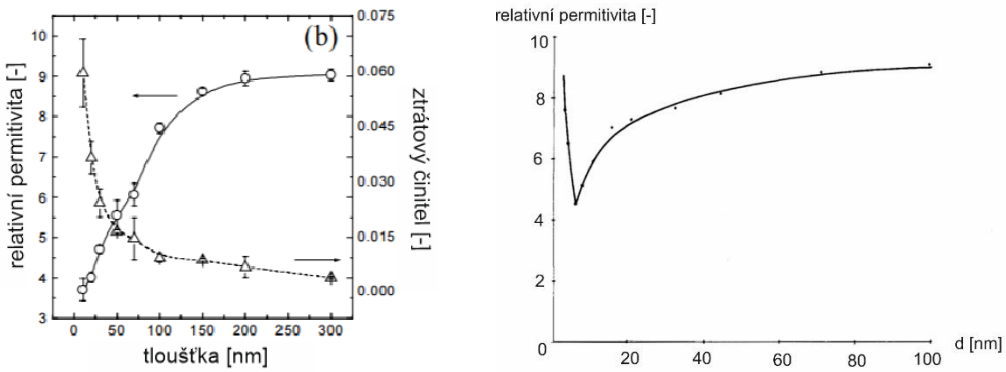
2.2.5.1 Relativní permitivita tenkých vrstev

Co se týče tenkých vrstev, relativní permitivita vykazuje odlišné hodnoty u stejného materiálu podle toho, jaké tloušťky vrstva je. Jako příklad je zde uveden Al_2O_3, protože právě s ním jsou vytvořeny vzorky v této práci. Jak můžeme vidět v následující tabulce, která ukazuje relativní permitivitu objemového Al_2O_3, zdroje se neshodují v hodnotě relativní permitivity, nicméně lze říci, že se pohybuje okolo 10.

Tab. 1 Hodnoty permitivity dle různých zdrojů

Hodnota permitivity [-]	Zdroj
9,96	(3)
9,9	(4)
8,2 – 10	(5)
3,71 – 9,04	(6)

Lze pozorovat, že čím je vrstva tenčí, tím je relativní permitivita menší, v tom se shodují oba zdroje. Zajímavý efekt (dle (7)) nastane, pokud je vrstva slabší než přibližně 10nm, zde začne relativní permitivita opět stoupat.



Graf 1 Závislost relativní permitivity na tloušťce u Al_2O_3 (6), (7)

Závislost relativní permitivity na tloušťce je ovlivněna několika jevy (například různými polarizacemi) a je to poměrně obsáhlý problém, který je stále předmětem zkoumání, a proto se mu tato práce nebude blíže věnovat.

2.2.6 Kapacita

Kapacita nám říká, kolik náboje je dané těleso schopno v sobě „uskladnit“ a to, jak velká daná kapacita bude, je dáno nejenom velikostí náboje, ale také rozdílu potenciálů a to podle vzorce:

$$C = \frac{Q}{\Delta\varphi} \tag{2}$$

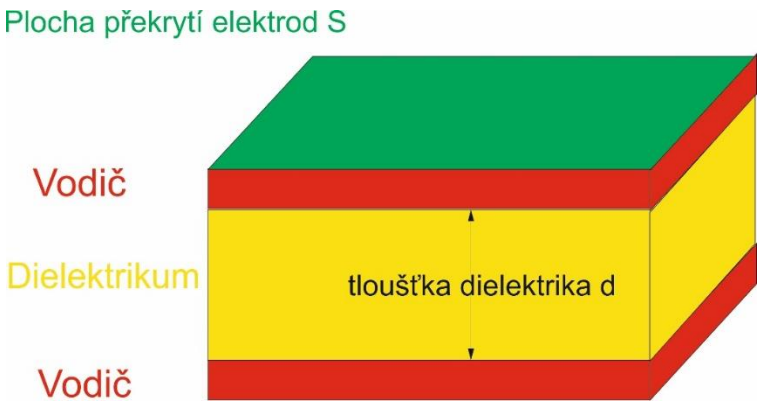
kde C je kapacita (F); Q je náboj (C) a Δφ je rozdíl potenciálů (V).

V kondenzátoru je kapacita jeho nejdůležitějším parametrem. V případě deskového kondenzátoru (tedy v případě, který se bude vyskytovat v této práci), lze kapacitu vyjádřit pomocí vzorce:

$$C = \varepsilon_0 \times \varepsilon_r \times \frac{S}{d} \tag{3}$$

kde C je kapacita (F); ε_0 je permitivita vakua ($F*m^{-1}$); ε_r je relativní permitivita materiálu (-); S je plocha kondenzátoru (m^2) a d je tloušťka dielektrika (m).

V tomto vzorci je možné vidět již popsanou permitivitu a závislost kapacity na ní – čím větší je permitivita daného materiálu, tím více náboje je těleso z něj vyrobené schopno uskladnit. Dále už se kapacita odvíjí jen od toho, jaké jsou rozměry tohoto tělesa. Jak vypadá konfigurace deskového kondenzátoru, je na následujícím obrázku. (2)



Obr. 5 Konfigurace deskového kondenzátoru

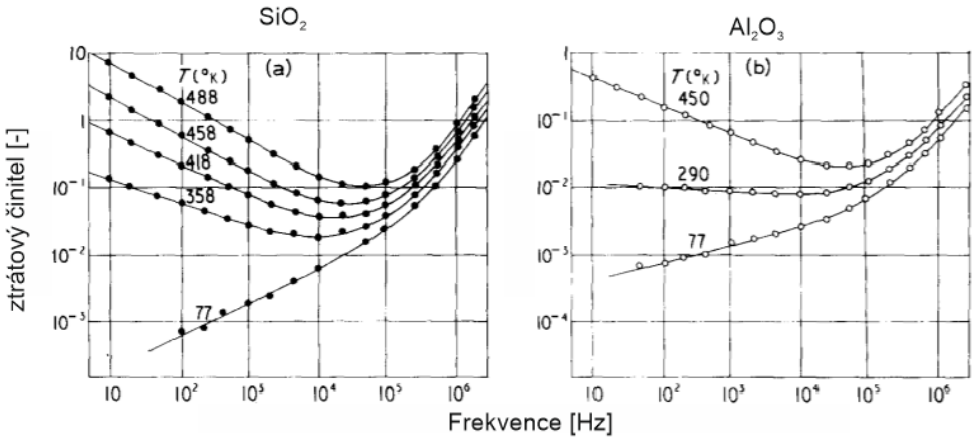
Co se týče kapacity, tak v případě tenkých vrstev pro ni platí stejný vzorec jako pro objemový materiál. Samozřejmě již ze vzorce (3) vyplývá, že čím je vrstva slabší –

tím větší kapacitu má. Nicméně hodnota minimální tloušťky je omezena elektrickou pevností daného materiálu.

2.2.7 Dielektrické ztráty

Dielektrické ztráty vyjadřují, jaké množství celkové energie je přeměněno na energii tepelnou. Jak již dříve bylo zmíněno, tyto ztráty jsou způsobeny jevy, které probíhají při některých druzích polarizace. K těmto ztrátám se přidávají ještě ztráty spojené s elektrickou vodivostí a tyto ztráty hrají největší roli, pokud je aplikováno stejnosměrné napětí. Při působení střídavého elektrického pole se pak projeví i ztráty způsobené polarizacemi a proto platí, že ztráty při střídavém napětí bývají mnohem větší.

Hlavní veličinou, která se používá při popisu ztrát v dielektriku, na které působí střídavé elektrické pole, je ztrátový úhel. Jak je známo v případě ideálního kondenzátoru, proud předbíhá napětí o úhel $\varphi = 90°$ ale v případě reálného je tento úhel menší o právě zmíněný ztrátový úhel. Často se lze také setkat s pojmem $\mathrm{tg}\delta$, což je tangenta ztrátového úhlu, jiným názvem ztrátový činitel. Tato veličina je závislá na teplotě a frekvenci ale samozřejmě, pro každý materiál je tato závislost odlišná. Jako příklad lze uvést následující grafy, které ukazují závislost ztrátového činitele na frekvenci při různých teplotách pro tenké vrstvy SiO_2 a Al_2O_3 (tento příklad byl vybrán, protože právě Al_2O_3 je použito v praktické části této práce). (1)



Graf 2 Závislost ztrátového činitele na frekvenci při různých teplotách pro SiO_2 a Al_2O_3 (8)

3 Tenkovrstvé technologie

3.1 Definice tenké vrstvy

Vrstvové technologie lze rozdělit na dvě skupiny – tlusté a tenké vrstvy. Zjednodušeně lze říci, že tenké vrstvy jsou ty, které mají tloušťku méně než několik mikrometrů a tlusté vrstvy jsou ty, které mají naopak tloušťku větší. Podrobnější definice mohou pomoci pochopit zásadní rozdíly v jejich vlastnostech. Takovou definicí může být například to, že tlusté vrstvy jsou ty, jejichž tloušťka je výrazně větší, než je délka střední volné dráhy elektronu daného materiálů.

- Tlustá vrstva je materiál o malé tloušťce, vytvořený buď odebíráním materiálu, nebo shromažďováním velkých clusterů, zrn apod. a její vlastnosti jsou ovlivněny hlavně jejím chemickým složením.
- Tenká vrstva je materiál o malé tloušťce, vytvořený usazováním jednotlivých atomů či molekul a její vlastnosti jsou ovlivněny hlavně její tloušťkou.

Tvorba každé tenké vrstvy začíná náhodným vytvoření zárodků vrstvy (jednotlivé atomy), které je následováno tvořením dalších zárodků či růstem již vytvořených. Tyto fáze můžeme ovlivnit pomocí podmínek, za kterých je vrstva tvořena.

3.2 Tvorba tenkých vrstev

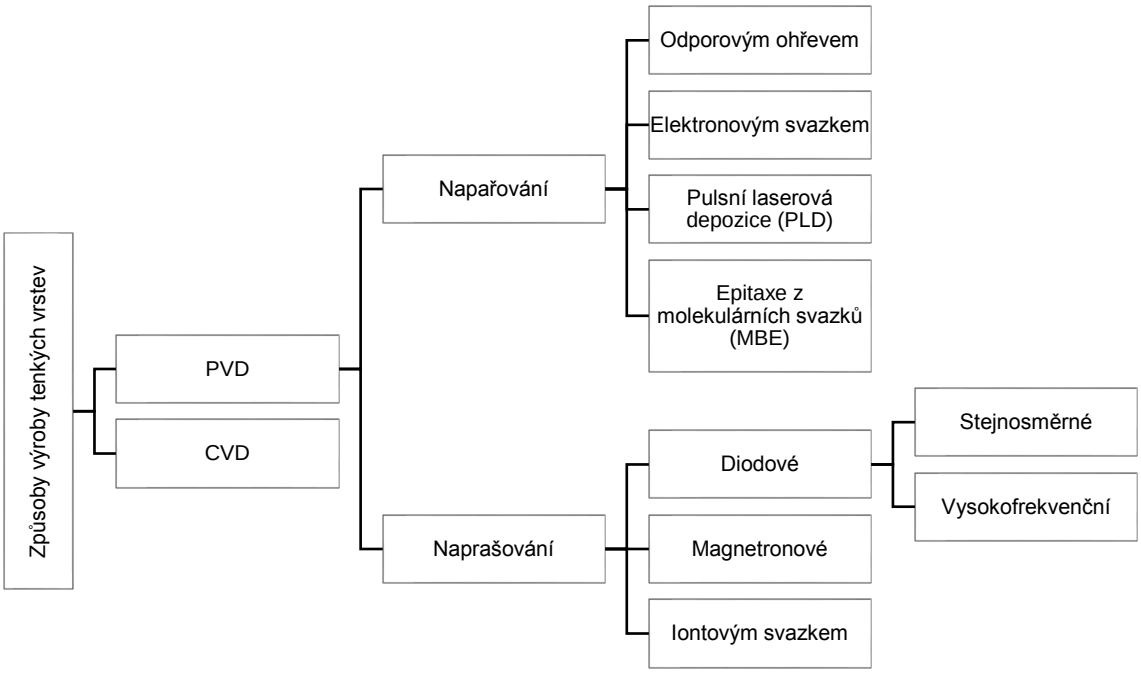
3.2.1 Obecný průběh tvorby

I. vytvoření vhodných částic (vyražení z terče)
II. přenos těchto částic na substrát
III. usazení na substrátu
    a. Částice naráží do substrátu, ztrácí normální složku rychlosti a usazuje se na povrchu substrátu.
    b. Částice a substrát nejsou v tepelné rovnováze a proto se částice může pohybovat po povrchu substrátu, setkávat se s dalšími částicemi a tvořit větší clustery.
    c. Tyto clustery jsou termodynamicky nestabilní a mohou po čase desorbovat, pokud jsou tak nastaveny podmínky depozice. Pokud jsou podmínky depozice nastaveny tak, že clustery dosáhnou určité kritické velikosti (stanou se termodynamicky stabilní) dříve než desorbují, pak je překonána nukleační bariéra a začíná fáze nukleace.

d. Postupně se zvyšuje počet i velikost jednotlivých nukleí dokud hustota nukleace nedosáhne meze nasycení. Hustota nukleace a průměrná velikost nuklea je daná několika parametry (energie dopadajících částic, teplota, složení substrátu atd.). Nuklea mohou růst jak rovnoběžně s povrchem substrátu, tak kolmo k němu. Vyrostlá nuklea se nazývají „ostrovy“
e. Další fází je aglomerace, kdy jednotlivé ostrovy srůstají dohromady. Jak ostrovy srůstají, nechávají mezi sebou mezery a materiál se mění z „ostrovního typu“ na porézní. Vyplněním mezer je dosaženo souvislého povrchu. (3)

3.3 Způsoby výroby

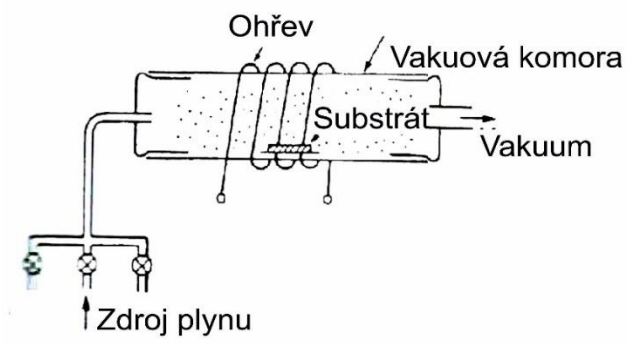
Chemická depozice (CVD) a fyzikální depozice (PVD) jsou dva nejčastější způsoby výroby tenkých vrstev. Fyzikální depozici lze ještě rozdělit na napařování a naprašování. Podrobnější rozdělení může být například jako následující (dle (3)), které zahrnuje některé ze způsobů výroby tenkých vrstev, ale rozhodně ne všechny, vzhledem k tomu jak je to rozsáhlá oblast.



Protože se tato práce má zabývat hlavně naprašováním, bude mu věnována největší pozornost a samostatná kapitola. Vzhledem k tomu, že při výrobě vzorků, bylo použito i napařování bude se mu tato práce v následujících kapitolách věnovat více než chemické depozici.

3.3.1 CVD

Chemická depozice je proces, probíhající při vysoké teplotě (okolo 1000°C), při kterém je plyn přiveden k povrchu substrátu, zde se díky vysoké teplotě rozkládá a reaguje s částicemi povrchu. Na Obr. 6 lze vidět, jak vypadá sestava pro chemickou depozici. Výhodou této depozice je, že je poměrně levná a vrstvy pomocí ní vytvořené jsou velice odolné. Také je možné vytvořit poměrně široké spektrum vrstev a poslední výhodou je to, že takto vytvořená vrstva může vzniknout i na běžně poměrně nedostupných místech. Hlavní nevýhodou této metody je vysoká teplota celého procesu, které je zaprvé energeticky náročná a zadruhé nedovoluje použít některé druhy substrátu (ty, které mají bod tání nižší než je teplota depozice daného materiálu).



Obr. 6 Sestava pro CVD (3)

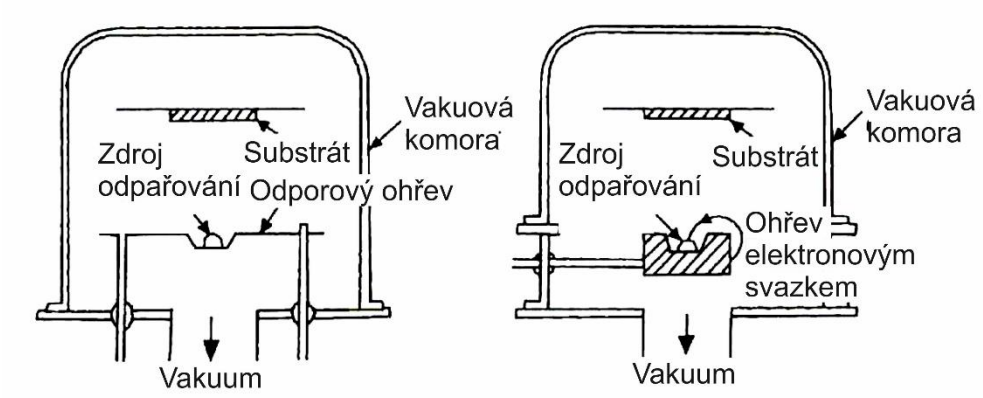
3.3.2 Napařování

Napařování probíhá tak, že materiál je ohříván, aby přešel do formy par a tím se z něj uvolnily částice. Poté uvolněné částice zkondenzují na podložce. Celý proces napařování probíhá ve vakuu 10^{-4} -10^{-6}Pa z důvodu zvětšení střední volné dráhy molekul nanášeného materiálu, která musí být mnohonásobně větší než je vzdálenost odpařovaného materiálu a substrátu. Přibližný vztah mezi tlakem a střední volnou dráhou je následující:

$$l = \frac{5 \times 10^{-3}}{p} \tag{4}$$

kde l je střední volná dráha (m) a p je tlak (Pa).

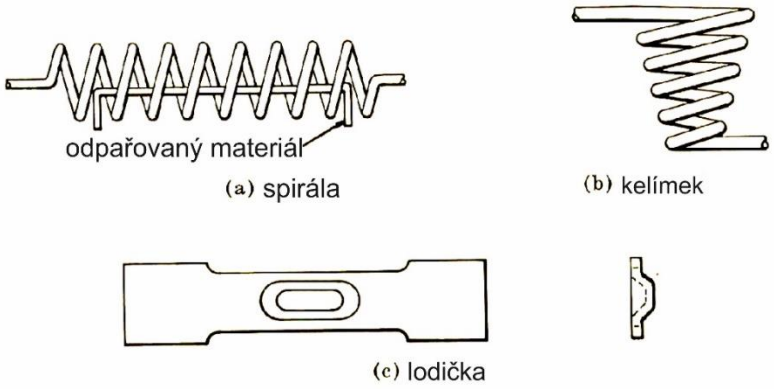
Na Obr. 7 je náčrt zařízení, ve kterém napařování probíhá. Jak lze vidět, základ každé soustavy je stejný (vakuová komora, odpařovaný materiál a substrát) a liší se v tom jakým způsobem je materiál odpařován. (9)



Obr. 7 Sestavy pro napařování (3)

3.3.2.1 Odporový ohřev

Nejčastěji používaným způsobem je odporový ohřev. Principem je, že odpařovaný materiál je umístěn ve zdroji, který musí mít vyšší bod tání než je bod tání konkrétního materiálu, musí být schopen udržet náboj a nesmí být chemicky reaktivní s tímto materiálem. Velmi často používané materiály jsou žáruvzdorné kovy jako wolfram ($T_{tání}$ = 3422°C), molybden ($T_{tání}$ = 2623°C), a tantal ($T_{tání}$ = 3020°C). Z těchto materiálů jsou vytvořeny buď spirály (a), kelímky (b) nebo lodičky (c). (9)



Obr. 8 Odpařovací zdroje (9)

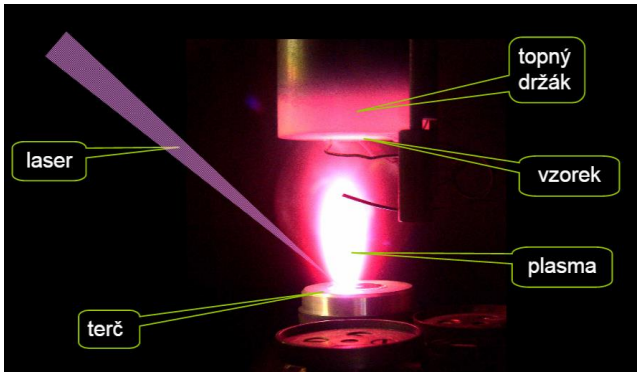
3.3.2.2 Ohřev elektronovým svazkem

Principem napařování elektronovým svazkem je to, že terč je zapojen jako anoda a je bombardován elektrony, které jsou tvořeny v katodě (často wolframové vlákno), a poté urychlovány a směřovány na anodu. Celý tento děj je o něco náročnější než odporový ohřev, nicméně dovoluje například i napaření různých slitin. (9)

3.3.2.3 PLD

PLD (pulsed laser deposition) neboli pulsní laserové depozice se na první pohled nijak zvlášť neliší od předchozích způsobů napařování. Opět celý proces probíhá ve vakuu, je zde nějaký zdroj částic – v tomto případě laser a terč, na který tyto částice

dopadají. Rozdíl nastává při vypařování částic. Ty, místo aby se vypařovaly jako v předchozím případě, tak se vypařují v podobě plazmového obláčku (anglicky plume). Výhodou je, že takto lze nanášet velké spektrum materiálu, ale nevýhodou je, že jen na poměrně malý povrch. (10)



Obr. 9 Pulsní laserová depozice (10)

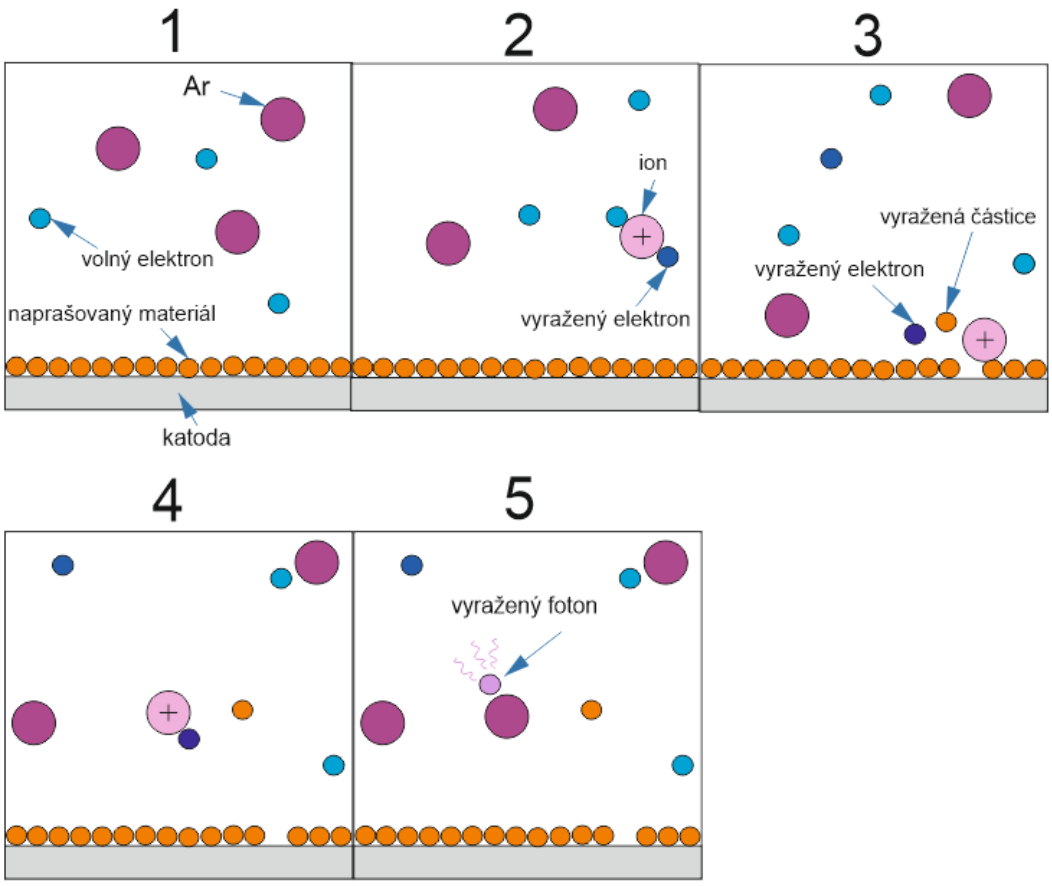
3.3.2.4 MBE

Zkratka MBE značí epitaxi z molekulárních svazků, tedy další způsob jak nanášet napařenou vrstvu. To v čem se liší od ostatních, prozrazuje už „epitaxe“ v názvu. Epitaxe je proces, při němž na povrchu substrátu vzniká tenká vrstva materiálu, která se usadí v návaznosti na krystalickou mřížku substrátu. Na rozdíl od předchozích případů, kde byla výsledkem amorfní vrstva, tedy vzniká vrstva krystalická. Proces je výrazně pomalejší nicméně lze s ním vytvořit naprosto jedinečné struktury. (3)

3.3.3 Naprašování

Naprašování začíná (stejně jako napařování) tím, že je komora vyčerpána na určitou úroveň vakua a poté je do komory napuštěn inertní[5] plyn, nejčastěji argon (v atmosféře se vyskytuje v největším množství, tudíž je nejlevnější). Částicím tohoto plynu je pak nutné dodat dostatečně velkou energii a to tak, že se ionizují – vznikne tedy plynná plazma. To jak jsou částice ionizovány, je hlavním rozdílem mezi jednotlivými druhy naprašování. Ty nejvýznamnější z nich budou popsány v následujících kapitolách. Základem ale je, že volný elektron vyrazí z neutrálního atomu inertního plynu elektron a tím se z částice bez náboje stane ion. Tento kladně nabitý ion je poté přitahován ke katodě, ze které vyrazí částici materiálu a zároveň další elektron. Tyto elektrony jednak zvyšují ionizaci plynu, ale také se setkávají s již vytvořenými ion plynu a opět vzniká neutrální částice za současného vzniku fotonu – to je důvodem proč plazma vyzařuje světlo. Pokud je ionizace plynu dostatečně velká, zažehne se doutnavý výboj, který zajišťuje trvalou ionizaci.

[5] netečný – neúčastní se chemických reakcí



Obr. 10 Vyražení částice z terče

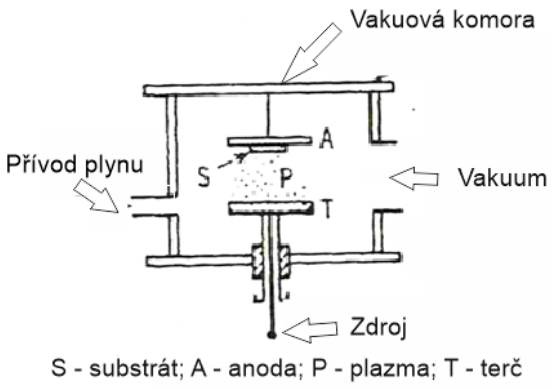
Vyražená částice se poté usazuje na substrátu, ale to již bylo podrobně popsáno v kapitole 3.2.1. (9) (3)

3.3.3.1 Reaktivní naprašování

V případě, že je prováděno reaktivní naprašování, je spolu s inertním plynem napuštěn ještě plyn, který má reagovat s materiálem terče za vzniku sloučeniny. Nejčastěji používanými plyny jsou kyslík a dusík, které reagují s vyraženými částicemi a tím mohou vzniknout různé oxidy či nitridy. Pokud je vrstva tvořena tímto způsobem, tak se dají velice dobře ovlivňovat její vlastnosti pomocí nastavování různých tlaků inertního a reaktivního plynu. (11)

3.3.3.2 Diodové naprašování

Princip spočívá v přenášení materiálu z terče (katody) na substrát (anodu) při doutnavém výboji v plynech. Dělí se na stejnosměrné a vysokofrekvenční podle toho, jaké napětí je přivedeno na anodu.



Obr. 11 Diodové naprašování (3)

3.3.3.2.1 Stejnosměrné

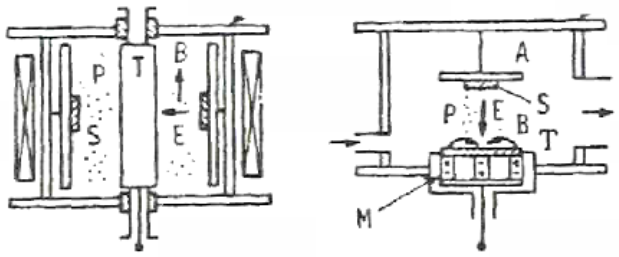
V případě toho naprašování je na katodu přivedeno stejnosměrné napětí. Podmínky nutné k tomuto naprašování jsou: tlak v komoře desítky Pa, přivedené napětí v řádu kV a sériový odpor mezi elektrodami 1-10 kΩ. Pokud je dosaženo těchto podmínek, mezi elektrodami může vzniknout doutnavý výboj. Navíc vznikne katodový spád, což znamená, že potenciál mezi elektrodami není rozložen rovnoměrně, ale u katody je vyšší a umožňuje to, aby částice plynu dopadla s velkou energií na katodu a vyrazila z ní částici, která se poté usadí na anodu. Tento způsob je vhodný jen k naprašování vodivých materiálů, protože aby proces probíhal, je nutné, aby katoda byla z vodivého materiálu. Pokud by nebyla, chovala by se jako kondenzátor vložený do obvodu se stejnosměrným proudem, na povrchu terče by se vytvořila vrstva nabitých částic a doutnavý výboj by zanikl. (3)

3.3.3.2.2 Vysokofrekvenční

Vysokofrekvenční naprašování řeší problém naprašování nevodivých materiálů. Na terč je místo stejnosměrného napětí přivedeno vysokofrekvenční, čímž se z něj stává v podstatě kondenzátor, který se v jednu půlperiodu napětí nabíjí a poté v druhou vybíjí. Během jedné půlperiody jsou tedy částice z terče vyráženy a v druhou jsou odváděny nabité částice usazené na povrchu. Aby tento proces probíhal je nutná velká frekvence přivedeného napětí. Typickou hodnotou je 13,56MHz, což znamená, že napětí mění polaritu každých 74ns. Takto vysoká frekvence je nutná, protože při ní stíhají změnu polarity jen pohyblivější elektrony a ne pomalejší kladné ionty. Tím je dosaženo odstranění náboje z terče ale nikoliv vyraženy částice materiálu. Na terč je ještě přivedeno předpětí – stejnosměrné napětí. (3)

3.3.3.3 *Magnetronové naprašování*

Magnetronové naprašování je v podstatě vylepšení obou předchozích. Principem je, že magnetické pole působí na katodu a s ní paralelní doutnavý výboj, jehož elektrony vykazují cykloidní pohyb[6] ve směru $\boldsymbol{E} \times \boldsymbol{B}$ a s rychlostí E/B. Toto magnetické pole má takový tvar, že elektrony se v něm pohybují po spirále, což má za efekt, že elektron déle setrvává v okolí terče a zvyšuje se počet srážek mezi elektrony a částicemi plynu, čímž se zvyšuje hustota plazmy, následně hustota proudu na katodě a tudíž je vyraženo více částic. Velkou výhodou je, že pro tento proces stačí tlak argonu v jednotkách Pa. Mezi dva nejpoužívanější typy magnetronu patří cylindrický a planární. Jak oba vypadají lze vidět na Obr. 12.



Cylindrický magnetron Planární magnetron

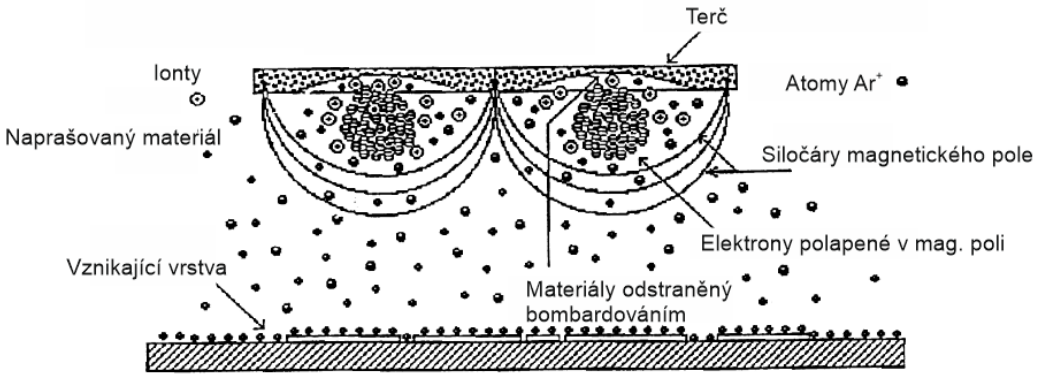
S - substrát; A - anoda; P - plazma; T - terč; M - magnetron

Obr. 12 Sestavy pro naprašování s cylindrickým a planárním magnetronem (3)

Cylindrický magnetron má terč umístěn uprostřed komory, na jejíchž stěnách jsou umístěny magnety, čímž je mezi terčem a stěnami komory vytvořeno magnetické pole.

Sestava pro naprašování s planárním magnetronem je v podstatě stejná jako u diodového naprašování, jediným rozdílem je právě magnetron. Vzhledem k tomu, že právě tato aparatura byla používána v této práci, je na následujícím obrázku vidět její průřez, což může pomoci objasnit některé z jevů, které budou uvedeny v praktické části.

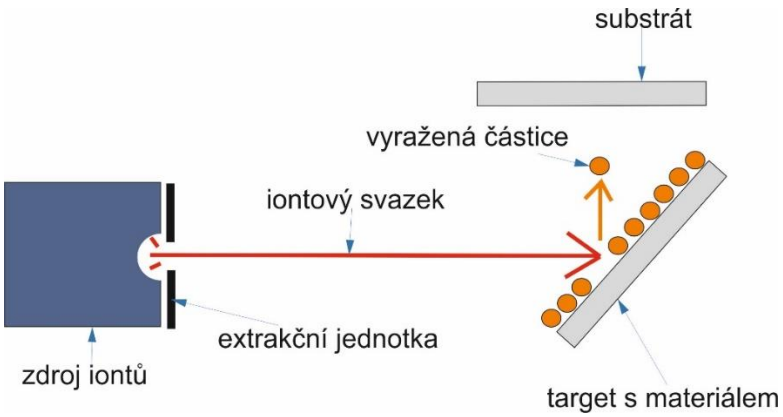
[6] pohyb, jednoho bodu na kružnici, která se pohybuje po přímce – vytváří oblouky



Obr. 13 Průřez naprašovací sestavou s planárním magnetronem (12)

3.3.3.4 Naprašování iontovým svazkem

Naprašování iontovým svazkem se liší tím, že ionty jsou vytvářeny v iontovém zdroji a poté jsou nasměrovány na terč, kde vyráží částice a ty dopadají na substrát. Dle (3) se dá rozdělit na dva základní druhy. Prvním je ten, jehož ionty jsou vyvářeny pomocí duoplasmatronu[7], v kterém vzniká obloukový výboj a tím dochází k ionizaci plynu. Ionty z extrakční jednotky vycházejí jako úzký svazek s proudem až 500μA/cm^2 při tlaku cca 1mPa a urychlujícím napětí v rozmezí 50V až 2kV. Tento typ svazku je vhodný k naprašování kovů a nevodivých materiálu. Druhý typ má naopak široký iontový svazek, vytvářený pomocí Kaufmanova zdroje, který obsahuje vakuovou komoru, v němž je žhavená elektroda, pomocí níž je ionizovaný plyn. Proud celého svazku může být až 10mA při tlaku 1-10mPa a tím je vhodný například pro leptání polovodičů. (11)



Obr. 14 Princip naprašování iontovým svazkem

3.3.4 Struktura vrstvy

Struktura vrstvy závisí na následujících podmínkách depozice:

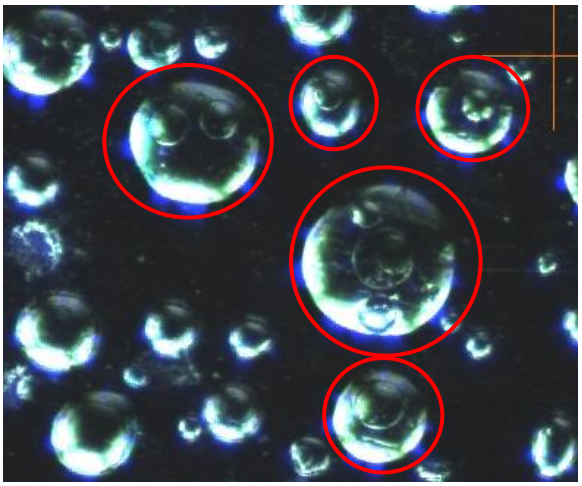
- druh dopadajících částic

[7] generátor plazmatu; od plazmatronu se liší střední elektrodou

- energie dopadajících částic
- teplota substrátu
- složení substrátu
- povrch substrátu
- pohyblivost částic na povrchu substrátu
- přesycení[8]

3.3.4.1 Mikrostruktura

Je předpoklad, že velikost jednotlivých zrn roste, pokud klesá přesycení a roste pohyblivost částic na povrchu. Zvýšení pohyblivosti může být dosaženo například zvýšením energie dopadajících částic, pokud je ale energie až moc velká, pohyblivost se zmenší, protože částice s větší energií jsou schopny proniknout do substrátu. Také růst teploty substrátu způsobuje růst velikosti zrn. Pokud je vrstva později vypálena za teploty vyšší, než je teplota, při které probíhala depozice, zrna se zvětší. Za neměnících se podmínek depozice je možné sledovat to, že velikost zrn roste s tloušťkou vrstvy. Tento růst ale neprobíhá donekonečna. Když vrstva dosáhne určité tloušťky, začnou se tvořit nová zrna nad těmi původními. Při pozorování pomocí mikroskopu se podařilo zachytit, jak se mění velikost zrn v závislosti na vyšší energii dopadajících částic a také to jak rostou zrna na již dostatečně velkých zrnech Obr. 15. Více o těchto výsledcích bude v praktické části práce. (3)



Obr. 15 Růst nukleí v druhé vrstvě

3.3.4.2 Homogenita

Je žádoucí, aby vrstva byla co nejvíce homogenní, tj. aby byla na všech místech stejná. To je ale v podstatě nereálný stav a určitá úroveň nehomogenity se vyskytuje vždy. Homogenitu lze zjišťovat pomocí snímán povrchu profilu, ze kterého je možné

[8] hodnota hustoty nukleace, která je větší než mez nasycení

vidět, jak pravidelně je materiál rozložen. Dalšími možnosti jsou optické přístroje, které umožní si přiblížit vrstvu a tudíž prozkoumat její povrch. (13)

3.3.4.3 Adheze

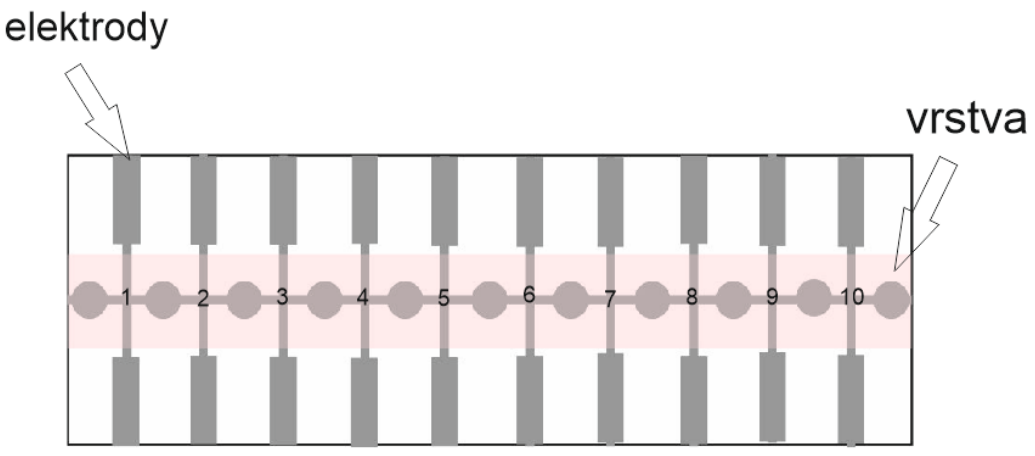
Adheze je velice důležitý parametr kvality výsledné vrstvy. Jedná se o přilnavost vrstvy k substrátu. Může být způsobena několika různými vazbami: elektrostatickou sílou, chemickou reakcí mezi vrstvou a substrátem nebo van der Waalsovými silami. Jak velká přilnavost vrstvy bude, záleží hlavně na materiálech a to jak vrstvy, tak substrátu, povrchu substrátu a způsobu jak byla vrstva vytvořena. Obecně lze říci, že z uvedených tří možností nanášení tenkých vrstev je adheze největší v případě vrstev připravených pomocí CVD. U PVD má větší přilnavost vrstva vytvořená pomocí naprašování (částice dopadají na povrch s větší energií) (13)

4 Praktická část

Cílem praktické části bylo vytvořit vzorky naprášené vrstvy a proměřit jejich parametry. Vzorky byly tenkovrstvé kondenzátory vytvořené kombinací napařování a naprašování. Nejprve byla napařena jedna hliníková elektroda, poté byla naprášena vrstva dielektrika (v tomto případě Al_2O_3) a poté byla napařena druhá hliníková elektroda. Jak celý kondenzátor vypadal lze vidět na Obr. 16. Kondenzátory vznikly v místech, kde se elektrody a dielektrikum kříží. Celkově tedy na každém vyrobeném vzorku bylo 10 kondenzátorů, které by měli být v ideálním případě totožné, protože byly vytvořeny za stejných podmínek.

Vzorky poté byly proměřeny různými způsoby, aby byly zjištěny jejich vlastnosti. Mezi základní vlastnosti každého kondenzátoru patří jeho kapacita a ztrátový činitel. Vzhledem k tomu, že kapacita je závislá na tloušťce dielektrika, bylo možné vypočítat teoreticky tloušťku vrstvy. Tloušťka vrstvy se také ověřovala pomocí proměřování tloušťky na přístroji Talystep. Ale vzhledem k tomu, že vrstvy byly velice slabé a sklíčka, na které byly nanášené, neměla rovný povrch, byla tloušťka tímto způsobem změřena jen u několika vzorků, které byly naneseny na výjimečně rovném substrátu. Toto měření alespoň posloužilo k porovnání, jak přesný byl teoretický výpočet dle kapacity.

Vrstvy byly také prozkoumány pomocí elektronového a optického mikroskopu. Protože korund je nevodivý a stejně tak sklo, nebylo možné v této kombinaci prozkoumat vzorek na elektronovém mikroskopu. Dalším pokusem tedy bylo nanést vrstvu na polovodič (konkrétně křemík), ale i tento pokus byl neúspěšný. Poté byl tedy vzorek nanesen na kov (konkrétně měď), který sice má velice hrubý povrch a proto nebylo možné vidět vrstvu, ale bylo možné alespoň provést materiálovou analýzu a ujistit se, zda se korund opravdu nanesl.



Obr. 16 Náčrt vzorku

4.1 Použité materiály

4.1.1 Skleněná podložka

Jako podložky bylo využito laboratorního sklíčka od firmy Marienfeld. Sklo je poměrně levná a často používaná podložka, která se vyznačuje velice dobrou hladkostí povrchu ale na druhou stranu má často prohnutý profil, což může znesnadnit rozeznávání vrstvy při snímání její tloušťky. Právě toto bylo velkým problémem, který znemožnil proměřování tloušťky na většině vzorků, a proto bylo nutné tloušťky vrstev dopočítat z měření kapacity a poté jen u pár vzorků, které byly nanesené na zanedbatelně prohnuté sklíčko, bylo porovnáno, jak moc se vypočtená tloušťka liší od naměřené.

4.1.2 Hliník

Elektrody byly vyrobeny pomocí naprašování z hliníku (čistota 99,999%), který je pro tyto účely často používaným materiálem. Teplota, při které se odpařuje je přibližně 900°C (při tlaku v jednotkách mPa) a je tudíž možné ho vypařovat z wolframových odpařovacích zdrojů, se kterými zároveň chemicky reaguje jen při vyšších teplotách, což má za důsledek porušení odpařovacího zdroje po několika cyklech. Časté použití hliníku je kvůli jeho snadné dostupnosti a nízké ceně, nicméně pro náročnější aplikace by bylo vhodnější zvolit materiály, které mají například větší přilnavost k podložce, či větší elektrickou pevnou. Pro tento experiment ale hliník postačil. (9)

4.1.3 Korund

Korund neboli oxid hlinitý je keramická látka, která se vyznačuje velkou tvrdostí (9 dle Mohsovy stupnice), která jí předurčuje k tomu, aby byla používána jako ochranná vrstva nespočetně zařízení nebo abrazivo. V tomto případě je ale využito materiálu jako dielektrika v kondenzátoru a při tomto použití je nutná jeho vysoká čistota (až 99,9999%). Relativní permitivitou tohoto materiálu se zabývala již kapitola 2.2.5.

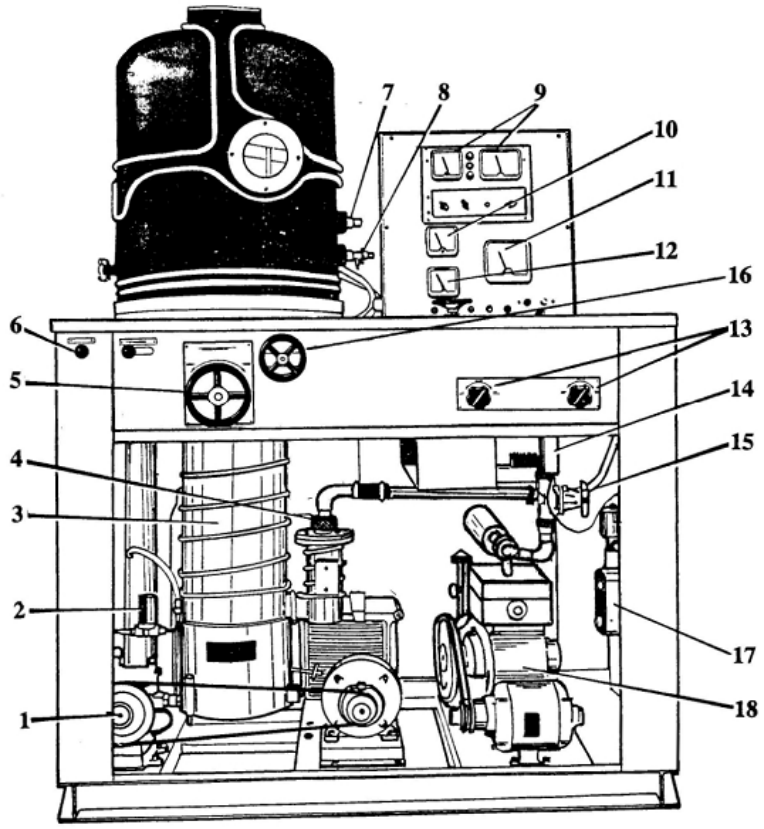
4.2 Výroba

4.2.1 Napařování

Pro napařování bylo použito zařízení firmy Edwards, které se skládá z komory (recipient), panelu měření a ovládání, rotační vývěvy a difusní vývěvy. Tento systém využívá odporového ohřevu.

Nejdříve je třeba umístit substrát do masky, která vytváří požadovaný vzor a masku poté umístit do komory. Maskou je možné i otáčet a tím vytvářet vícevrstvé struktury bez nutnosti přendání masky a čerpání recipientu. V dalším kroku je třeba umístit odpařovaný materiál do odparníku, a pokud jsou jako v tomto případě použity

spirálové odparníky, je vhodné umístit materiál ještě do vedlejšího odparníku, aby v případě, že je odparník poškozen (což se stává cca každé 10. napařování), bylo možné jen otočit karusel s odparníky bez nutnosti otevírání komory a opětovného čerpání. Poté je prostor uzavřen a začíná odčerpávání pomocí rotační vývěvy, díky které je možné dosáhnout tlaku v jednotkách Pa. Po dosáhnutí tohoto tlaku probíhá iontové čištění[9] a nečistoty jsou ještě odsáty rotační vývěvou. Pak se připojí difusní vývěva, s kterou je možné dosáhnout tlaku až v řádech jednotek mPa. V následujícím kroku je přiveden velký proud do odparníku a díky tomu se materiál odpařuje. Přesná hodnota proudu není známa kvůli rozbitému měřícímu zařízení, ale odhadem to může být okolo 90A. Tento krok je možné opakovat podle toho, kolik vrstev potřebujeme nanést. Nakonec je prostor zavzdušněn a je možné vzorek vyjmout. (13)



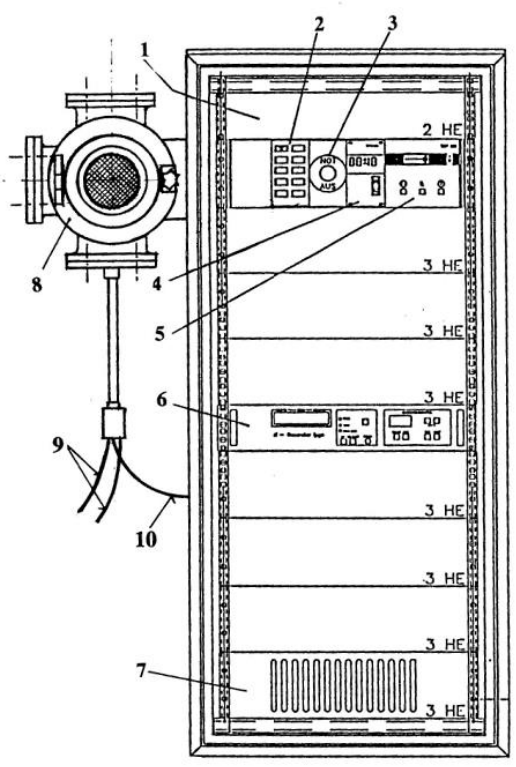
1 Hydraulické čerpadlo pro zvedání recipientu
2 Magnetický ventil pro spouštění recipientu
3 Difuzní vývěva
4 Výstup difuzní vývěvy
5 Ovládání deskového ventilu
6 Clona odpařovacího zdroje
7 Napouštěcí ventil recipientu
8 Jehlový napouštěcí ventil recipientu
9 Pirani-Penningův vakuoměr
10 Měření proudu při čištění výbojem
11 Měření proudu odpařovacího zdroje
12 Měření teploty uvnitř recipientu
13 Ventil předčerpání a čerpání difuz. vývěvy
14 Piraniho měrka vakua
15 Uzavírací ventil pro test netěsností
16 Přepínač odpařovacích zdrojů
17 Startér rotační vývěvy
18 Rotační vývěva

Obr. 17 Použitá napařovací sestava (14)

[9] čištění pomocí doutnavého výboje

4.2.2 Naprašování

Zařízení, které bylo použito pro naprašování je od výrobce Balzers Pfeiffer. Skládá se z recipientu[10], ovládacího panelu, generátoru a planárního magnetronu. Do recipientu se vloží terč materiálu, který bude naprášován a podložku na kterou se bude naprašovat. Ta je zakryta maskou v požadovaném tvaru. Poté je recipient uzavřen a začíná čerpání prostoru. To zajišťuje membránová výměva, která recipient předčerpá a poté je recipient dočerpán turbomolekulární výměvou, kterou je možné dosáhnout tlaku až 10^{-9} Pa, prakticky se ale prostor čerpá na desítky mPa. Když je prostor dostatečně vyčerpán na jednotky Pa, tak se do něj napustí pracovní plyn, v tomto případě argon, se kterým je snaha dosáhnout tlaku 2Pa, který je nutný držet konstantní po celou dobu naprašování. Poté se zapne generátor a nastaví se požadovaný výkon. Je třeba hlídat odražený výkon, který by měl být co nejmenší. Když je vrstva naprášena, generátor se vypne a recipient se začíná pomalu zavzdušňovat.



1 Odvětrávací prostor
2 Indikace průtoku chladicí vody, tlačítko ovládání škrtícího ventilu
3 Hlavní vypínač
4 Měření vakua v širokém rozsahu
5 Ovládání turbomolekulární výměvy
6 Vysokofrekvenční generátor
7 Zesilovač vysokofrekvenční energie
8 Recipient
9 Přívod a odvod chladicí vody
10 Přívod vf výkonu

Obr. 18 Sestava použitá pro naprašování (14)

[10] nádoba, ve které je možné uchovávat vakuum

4.3 Vyrobené vzorky

Vzorky byly vyráběny za různých podmínek, aby bylo možné porovnat, jak se jejich vlastnosti mění v závislosti na změnách parametrů depozice. Parametry, které se měnily, jsou čas depozice a výkon při depozici. Tlak argonu zůstával stejný při výrobě všech vzorků. V následující tabulce je vidět jaké kombinace parametrů byly použity a kolik vzorků bylo vyrobeno. Počítalo se s tím, že při každé kombinaci parametrů budou vyrobeny tři vzorky, ale po proměření se u většiny z nich ukázala potřeba dodělání ještě čtvrtého vzorku, aby byly výsledky přesnější.

Tab. 2 Vyrobené vzorky

Počet vzorků	Čas depozice (min)	Výkon při depozici (W)	Tlak Ar (mbar)
4	20	70	$2*10^{-2}$
4	20	100	$2*10^{-2}$
4	30	70	$2*10^{-2}$
4	30	100	$2*10^{-2}$
4	30	130	$2*10^{-2}$
4	45	130	$2*10^{-2}$
3	60	100	$2*10^{-2}$

4.4 Měření

4.4.1 Měření kapacity a ztrátového činitele

Tyto dvě hodnoty se měřily pomocí přístroje RLCG BM 595. Krom těchto parametrů umí přístroj také proměřovat odpor, indukčnost, vodivost, impedanci, reaktanci, magnetickou indukci, elektrickou indukci a náboj a to s chybou 0,1%. Je možné nastavit 8 různých hodnot frekvence (100Hz, 200Hz, 400Hz, 1kHz, 2kHz, 4kHz, 10kHz, 20kHz). Všech těchto 8 hodnot bylo použito při měření ztrátového činitele a kapacita byla měřena při frekvenci 1kHz a během celého měření nebyla pozorována změna kapacity v závislosti na frekvenci, která by byla výrazně větší, než je chyba přístroje. U některých vzorků byla kapacita proměřena ještě po 14 dnech od prvního měření, aby bylo zjištěno, jak se mění kapacity s časem. Také je možné nastavit dvě úrovně měřícího impulsu a to 1V a 50mV. V tomto případě bylo vzhledem k tloušťce vrstev zvoleno menší napětí. (15)

4.4.1.1 Výpočet teoretické tloušťky

Jak lze měřit tloušťku vrstvy bude uvedeno v další kapitole. Bohužel toto měření se při proměřování ukázalo jako velice nepřesné a to kvůli tomu, že použitá laboratorní sklíčka nejsou nikdy dokonale rovná, ale jsou vždy nějakým způsobem prohnutá. To nevadí při měření tlustších vrstev a ani to zásadně neovlivňuje vlastnosti vrstvy, ale

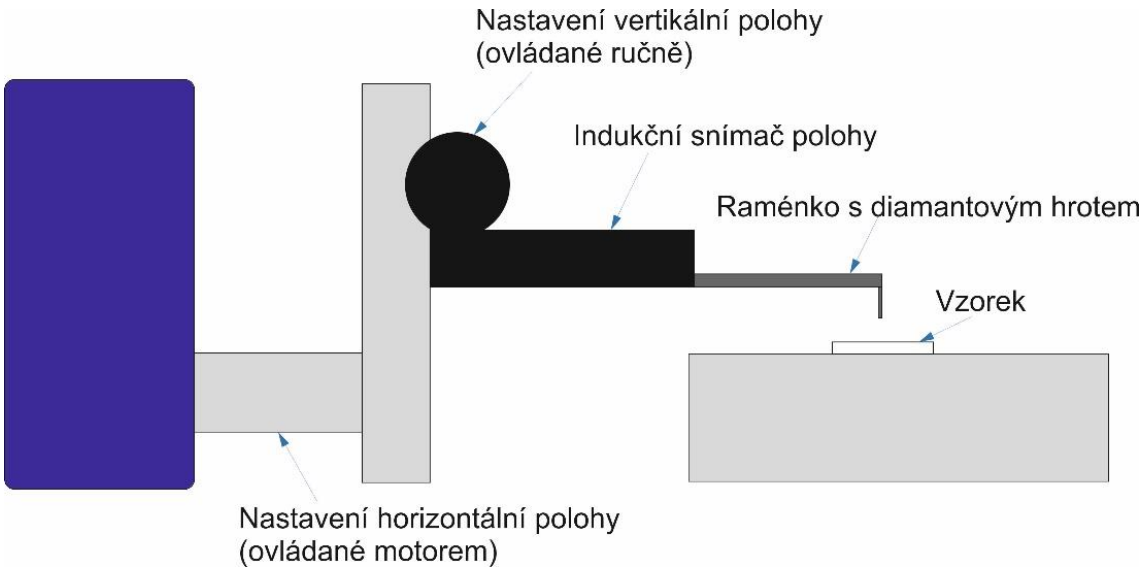
v podstatě to znemožnilo průkazné měření u všech vzorků. Některé vzorky byly naneseny na méně prohnutá sklíčka a u těchto vzorků byla i proměřena tloušťka a bylo tedy možné porovnat, že teoreticky vypočtené tloušťky odpovídají těm skutečným.

Výpočet teoretické tloušťky je možný díky rovnici (3) a tomu, že máme proměřenou kapacitu vzorků. Následuje ukázka, jak tento výpočet probíhal.

$$d = \frac{\varepsilon_0 * \varepsilon_r * S}{C} = \frac{8{,}854 * 10^{-12} * 10 * 64 * 10^{8}}{1{,}215 * 10^{-9}} = 46{,}638nm$$

4.4.2 Měření tloušťky

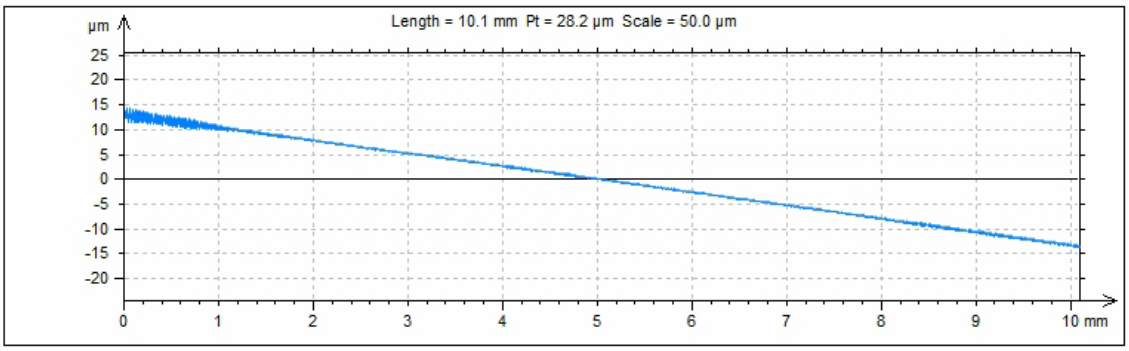
Měření tloušťky probíhalo pomocí přístroje Talysurf. Tento přístroj slouží k měření tloušťky, ale také je možné pomocí něj snímat drsnost povrchu. Vzhledem k tomu, že stejné měření probíhalo již v (13), je zde jako příklad měření, na kterém je vysvětlen princip, uvedené to, které se provádělo v této práci. Na Obr. 19 je vidět z čeho se celý přístroj skládá.



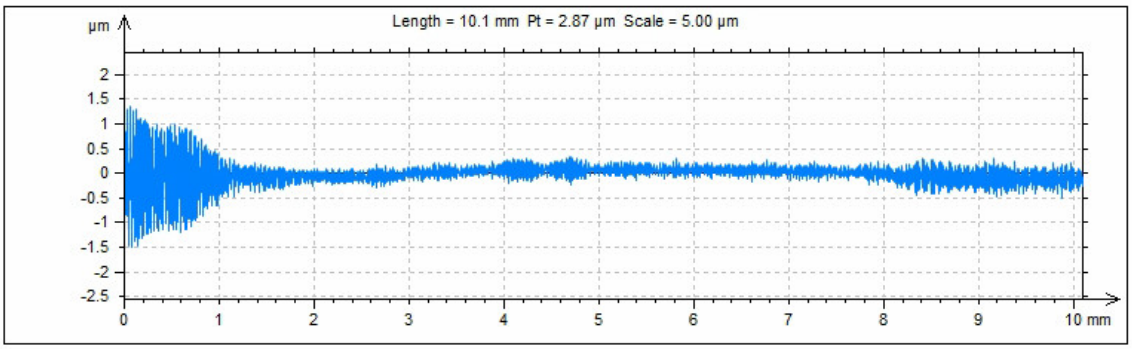
Obr. 19 Konfigurace Talysurfu

Jako první je třeba umístit raménko do držáku a spustit program pro jeho obsluhu Taylor Hobson ultra. Je vhodné jako první proměřit referenční vzorek, aby byla jistota, že přístroj měří správně. Poté se již umístí měřený vzorek na podložku a raménkem se najede na místo, odkud se začne měření. Zde je třeba dojet hrotem co nejblíže k podložce (indikaci je možné sledovat na počítači v okně programu). Je ale nutné dát pozor, abychom příliš prudkým a přehnaným přiblížením k podložce nepoškodili hrot, který je velice citlivý. V dalším kroku se nastaví parametry jako např. jakou vzdálenost má hrot ujet a program je spuštěn. Po změření je vytvořen soubor s naměřenými

výsledky, který můžeme vyexportovat a otevřít pomocí programu Taly Profile Gold, který umožňuje naměřené výsledky upravit a dostat z nich údaje, které jsou potřeba.

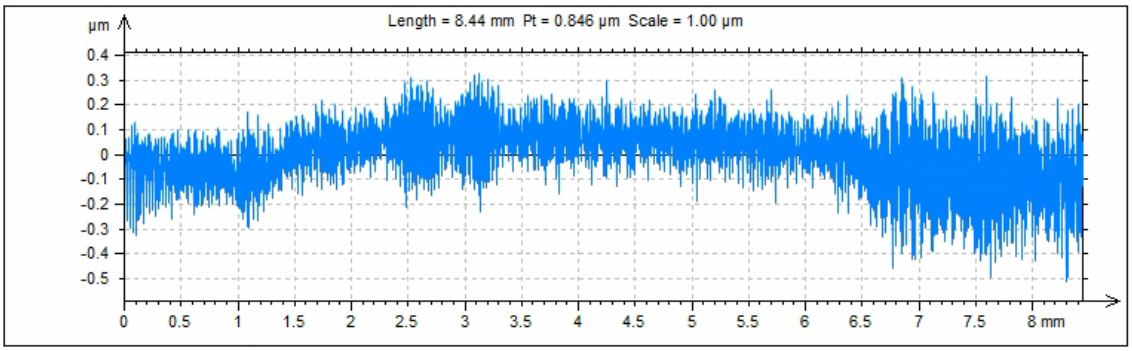


Obr. 20 Sejmutý profil po otevření v programu Taly Profile Gold

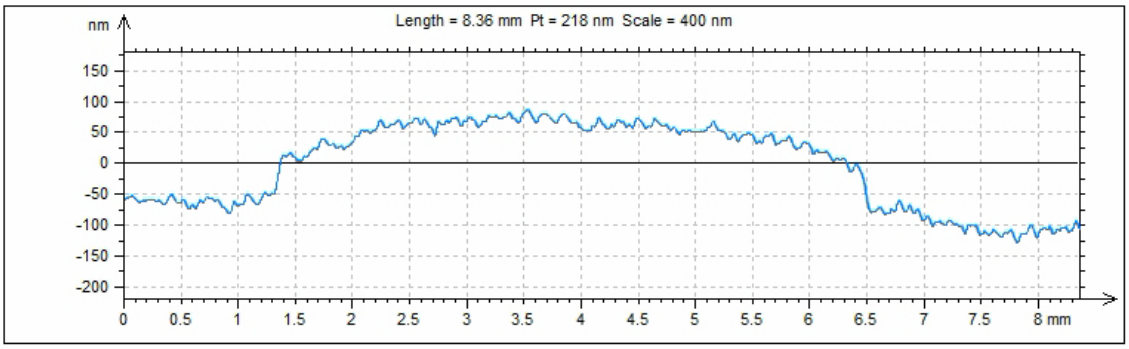


Obr. 21 Vyrovnaný profil pomocí funkce leveling

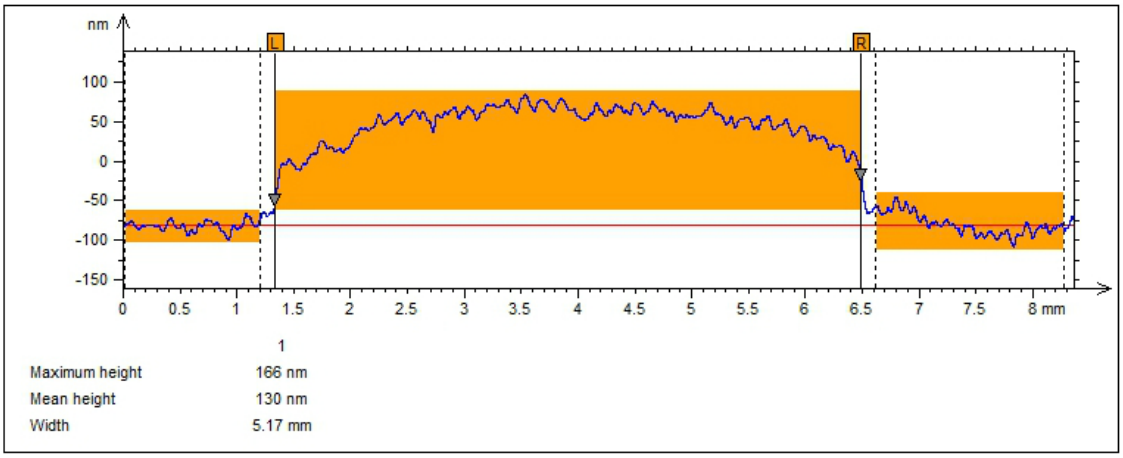
Na Obr. 21 nelze rozeznat vrstvu moc dobře a to hlavně kvůli tomu, že na začátku očividně proběhli nějaké silné otřesy. V některých případech, jak například tady, kde otřesy jsou mimo měření vrstvy, je možné profil oříznout a získat smysluplný výsledek. Tam, kde to nejde, je nutné měření opakovat.



Obr. 22 Vyrovnaný a oříznutý profil



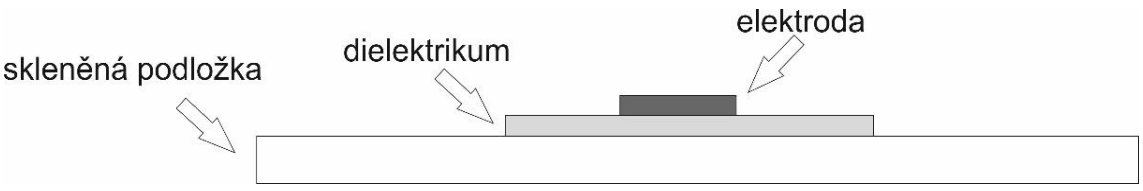
Obr. 23 Vyfiltrovaný průběh profilu



Obr. 24 Proměřená tloušťka vrstvy

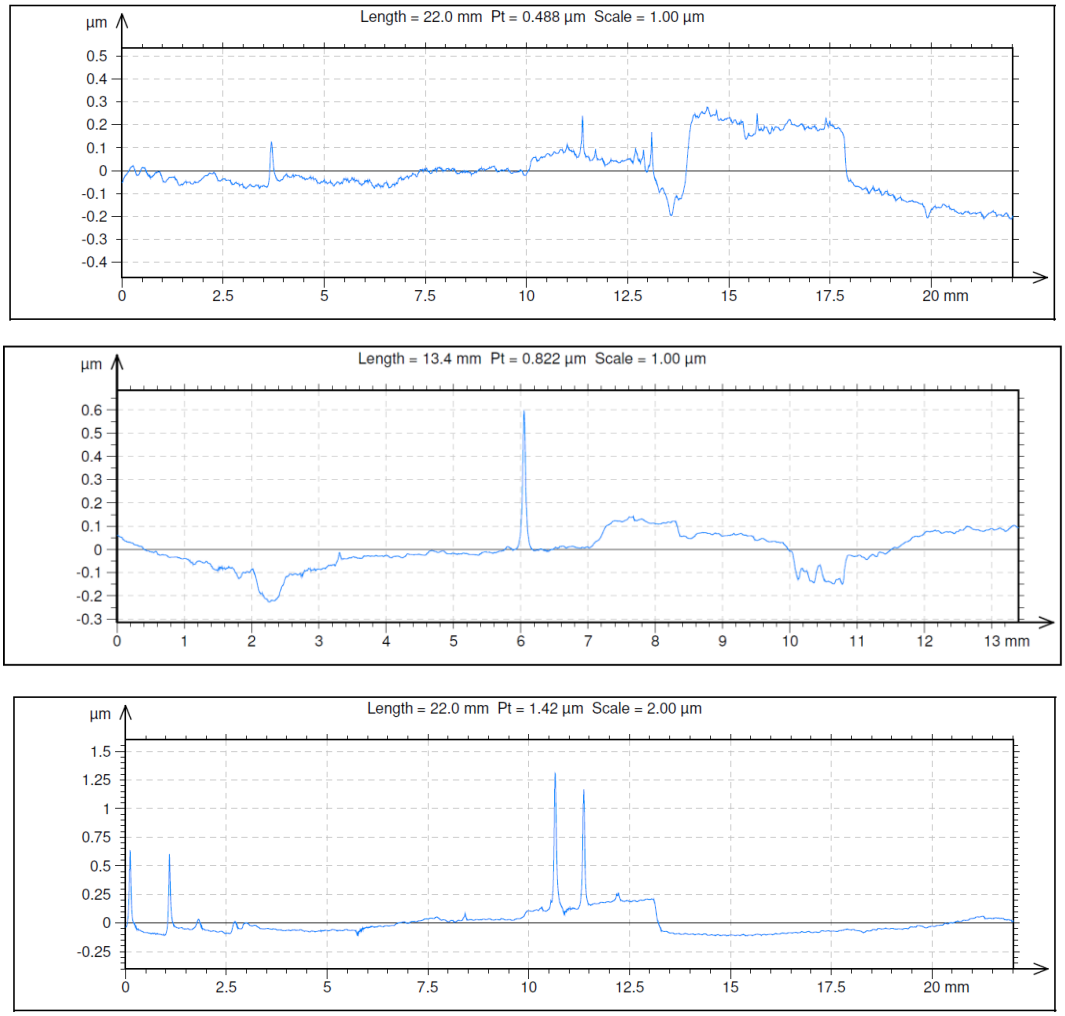
Nakonec se změřila tloušťka vrstvy, což bylo provedeno tak, že podložka na obou stranách se označila jako referenční výška a od ní se měřila tloušťka vrstvy.

Uvedené měření je jen na ukázku, jak může takové měření probíhat. V tomto případě byl na podložce nanesen jen pruh materiálu, a proto při proměřování bylo možné nastavit dvě referenční hodnoty, od kterých se tloušťka počítala a poté změřit vrstvu po celé její šířce. V této práci bohužel měření neprobíhalo takto snadno a to už jen kvůli tomu, že pod a přes dielektrikum byly umístěny elektrody a tudíž měl vzorek několik různých tlouštěk. Na Obr. 25 je vidět, jak by vypadal ideální průřez vzorkem.



Obr. 25 Ideální průřez vzorkem

Teď pro porovnání lze na Obr. 26 vidět ukázky, jak vypadal sejmutý profil vzorku ve skutečnosti. Toto velice dobře ukazuje, proč bylo v podstatě nemožné proměřit tímto způsobem vrstvu na všech vzorcích.



Obr. 26 Příklady sejmutých profilů

4.5 Optická analýza

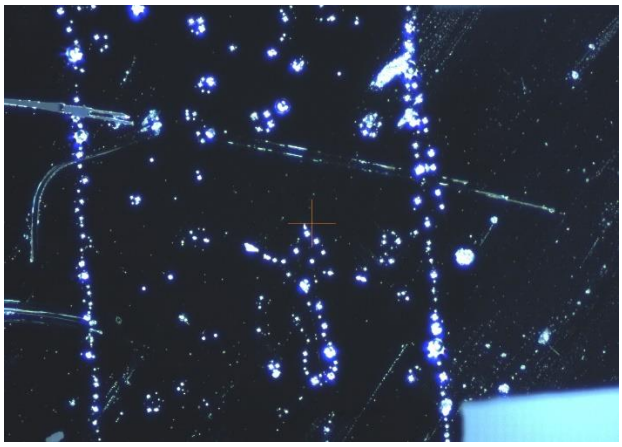
4.5.1 Elektronový mikroskop

Elektronový mikroskop, na kterém bylo měření prováděno, je Phenom ProX, který se řadí mezi skenovací elektronové mikroskopy. Tento typ elektronových mikroskopů pracuje tak, že zachytává sekundární (vyražené) elektrony a pracuje v podstatě po řádkách, tj. snímá obraz tak, že zachytává bod za bodem. Konkrétně tento typ disponuje zvětšením 80x – 130 000x a má rozlišení 14nm. Mikroskop má poté ještě funkci prvkové analýzy, která využívá generace rentgenových paprsků a toho, že každý prvek generuje tyto paprsky s odlišnými parametry. Právě prvková analýza je to, co bylo v práci využito.

4.5.2 Optický mikroskop

Pomocí optického mikroskopu byly pořízeny snímky povrchu jednotlivých kondenzátorů, které vždy vznikly na křížení obou elektrod. Jedna se tedy o plochu 0,8*0,8mm^2. Všechny snímky jsou v přílohách na přiloženém DVD.

Mikroskop, který byl při práci použit je od firmy Vision Engineering a jedná se o typ Hawk precision, který je bezkontaktní a má možnost měření ve 2 nebo 3 osách. Mikroskop se skládá z hlavy, stojanu a stolku a je vybaven objektivy až se stonásobným zvětšením. Snímané vzorky je možné osvětlit seshora (EPI osvětlovací nástavec, LED osvětlovací prstenec) anebo osvětlit zespoda. Obraz sejmutý mikroskopem je přenášen do počítače, kde s ním lze pracovat pomocí programu Quadra-check 5000. Jak vypadá výstup z tohoto programu lze vidět na Obr. 27.



Obr. 27 Výstup z optického mikroskopu

4.6 Výsledky

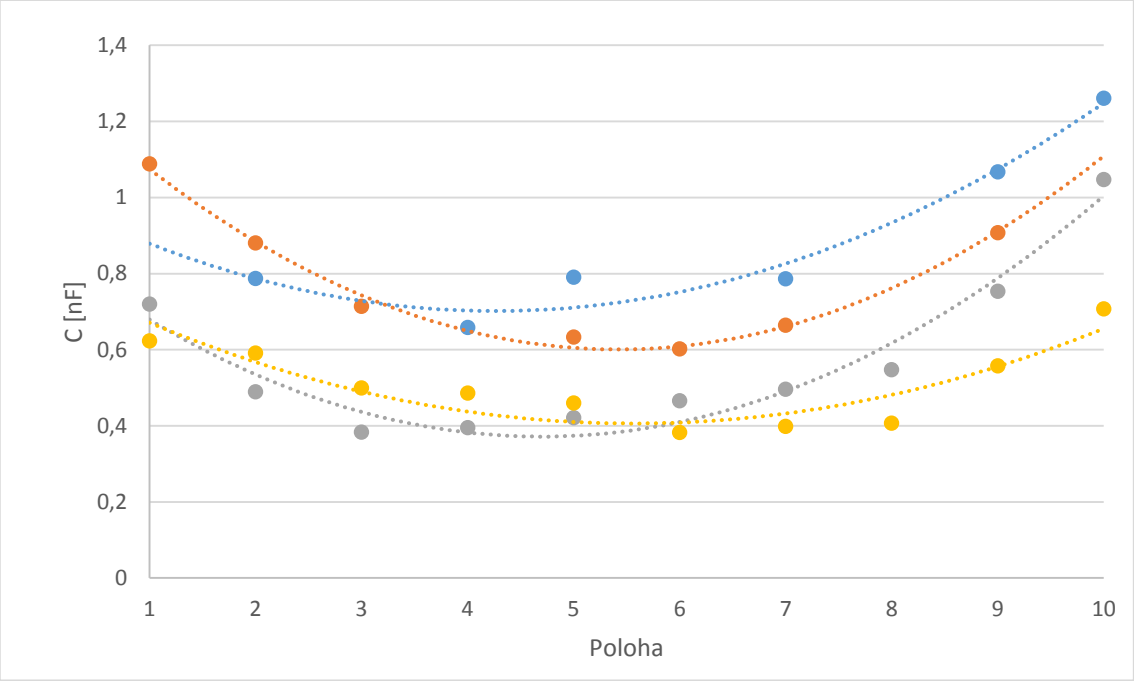
V této kapitole budou uvedeny výsledky, které byly získány ze všech měření. Protože práce zkoumala několik různých vlastností těchto vrstev, bude tato kapitola rozdělena na podkapitoly, které se budou jednotlivými vlastnostmi zabývat. Vzhledem k množství získaných výsledků byla většina vytvořených grafů a snímků vložena do příloh a v této kapitole budou uvedeny jen ty, které osvětlují pozorované vlastnosti.

4.6.1 Kapacita

V plánu bylo proměřit kapacitu u každého vzorku. Nicméně u některých kondenzátorů (a tento fenomén se vyskytoval hlavně u slabších vrstev) nebylo možné kapacitu změřit, protože měly nedostatečnou elektrickou pevnost a byly po přiložení napětí okamžitě zničeny.

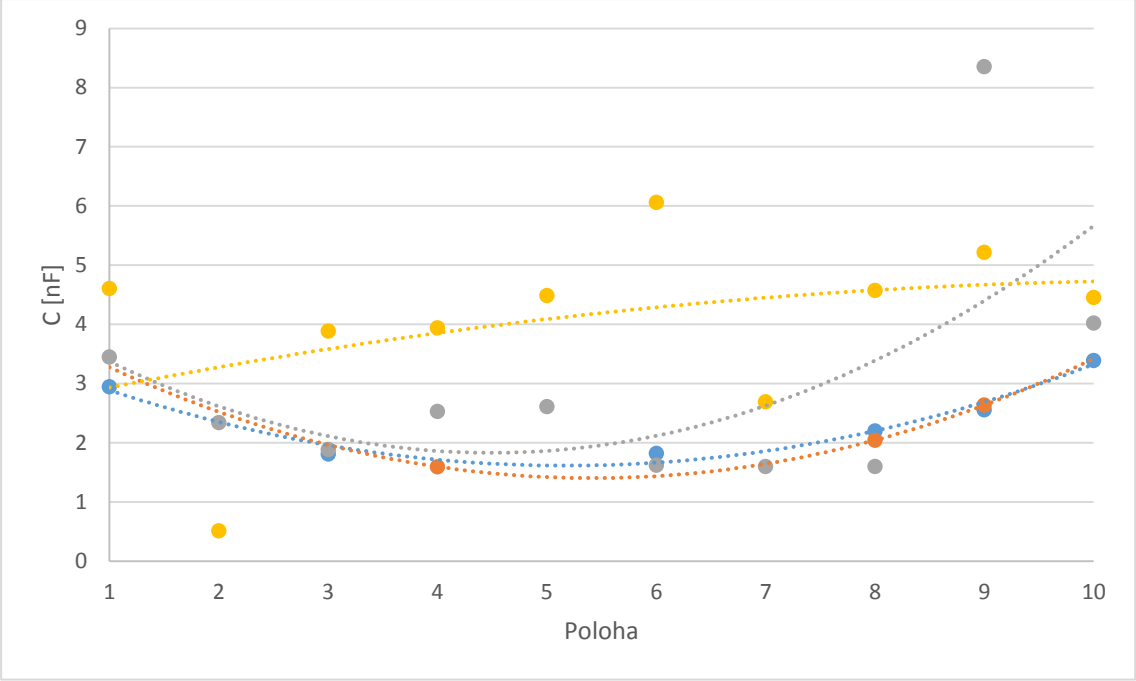
Naměřená data byla zpracována do grafů závislosti kapacity na poloze jednotlivých kondenzátorů na substrátu, jehož příklad vidíme na Obr. 28. Tento graf má

na vodorovné ose jednotlivé kondenzátory dle Obr. 16 a na svislé ose kapacitu. V těchto grafech jsou vždy porovnány všechny vzorky, které vznikly za stejných podmínek depozice (v následujícím grafu jsou čtyři, rozlišené barvou). Průběhy těchto závislostí by tedy měly být v ideálním případě totožné. Ve skutečnosti se každá vrstva mírně liší, což může být dáno nepřesným dodržením podmínek depozice – tlak kolísá v rozmezí přibližně 1,8 – 2,1Pa, odražený výkon někdy mírně roste (jednotky W), čímž se snižuje skutečný výkon a také čas nikdy nebyl na vteřiny přesný. U takto tenkých vrstev ale i malá změna podmínek může způsobit diference v parametrech výsledné vrstvy. Odlišné výsledky mohou být vždy také způsobeny chybou měření.



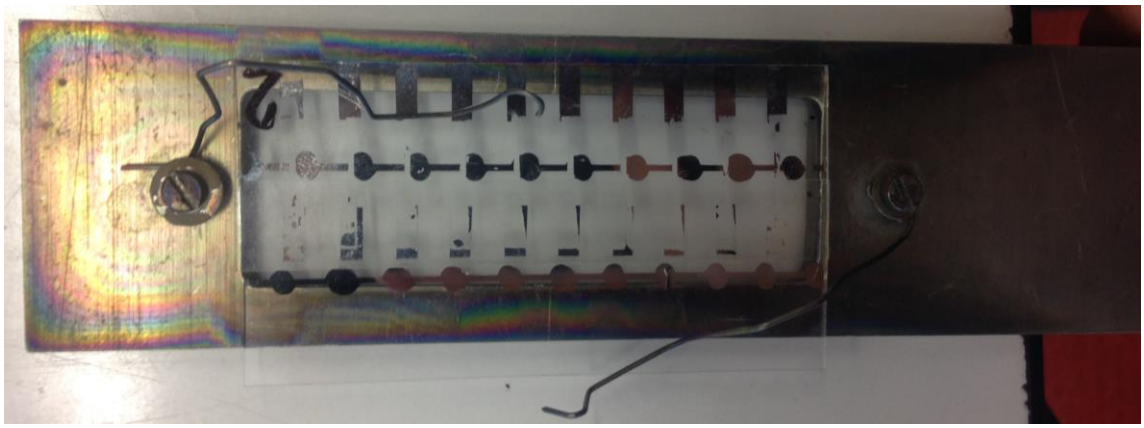
Obr. 28 Příklad závislosti kapacity na poloze kondenzátoru

Zajímavá vlastnost, které si lze všimnout v případě všech vzorků je to, že kapacita je větší na okrajích a menší ve středu. To je dáno tím, že závislost kapacity a tloušťky je nepřímo úměrná a všechny naprášené vrstvy jsou ve středu tlustší, což je způsobeno tím, že vrstva se nanáší dle kosinové závislosti. Na některých vrstvách můžeme pozorovat i poměrně výrazné nehomogenity (viz Obr. 29, poloha 9, šedá) a to i v případě ztrátového činitele, kterým se bude zabývat další kapitola.

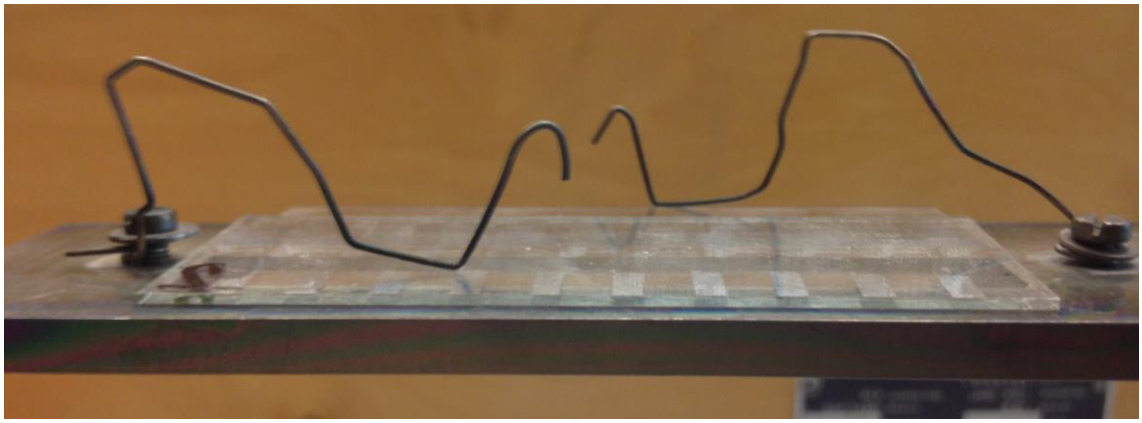


Obr. 29 Příklad nehomogenity při měření kapacity

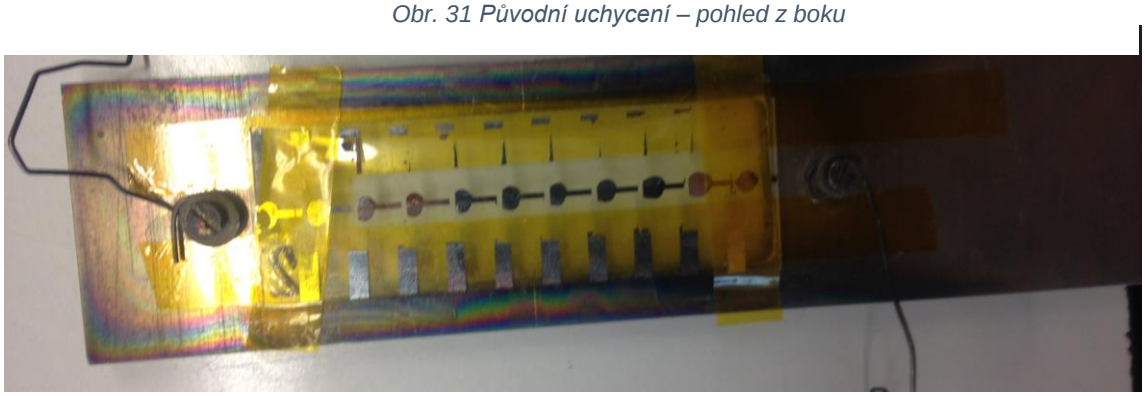
Po proměření několika vzorků bylo zjištěno, že tyto nehomogenity se vyskytují u skoro každého a často na 2. či 3. poloze z kraje. Projevovaly se buď výrazně větší kapacitou, nesmyslným ztrátovým činitelem (řádově až stovky) či nemožností toto místo proměřit. Byl tedy předpoklad, že mohou být způsobené vlivem magnetronu. Uchycení vzorků totiž bylo realizováno pomocí kovových úchytek, které se vzorku mohly dotýkat právě v těch polohách, které vykazovaly nehomogenity. Původně se předpokládalo, že substrát je dostatečným izolantem na to, aby magnetron neměl žádný vliv, ale aby se dalo vyloučit tato příčina, bylo vymyšleno nové uchycení vzorků pomocí kaptonové pásky.



Obr. 30 Původní uchycení – pohled shora



Obr. 31 Původní uchycení – pohled z boku



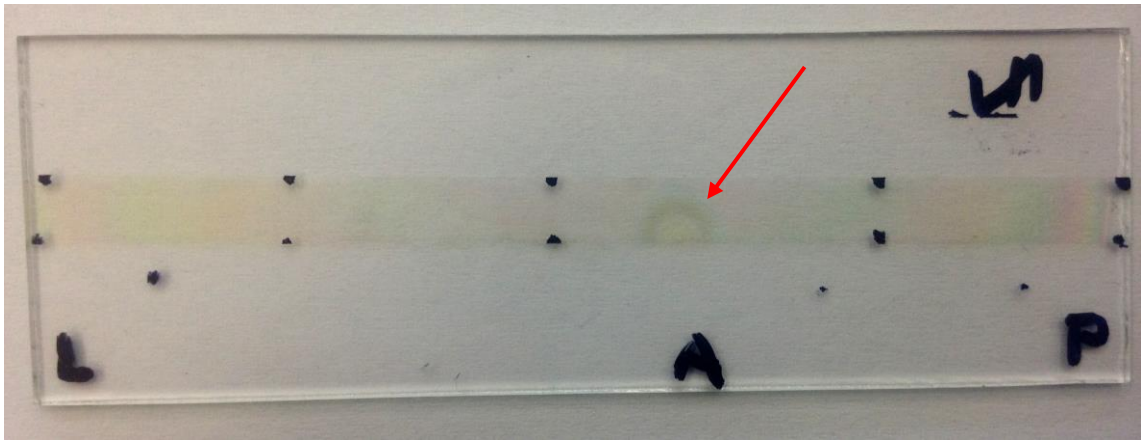
Obr. 32 Nové uchycení

Bohužel ani tato změna nevyřešila výskyt nehomogenit na vzorcích. Dalším pokusem bylo vyměnit naprašovaný materiál a to na ZnO. Nicméně z tohoto materiálu se nepodařil vytvořit kondenzátor, protože molekuly ZnO dopadaly na substrát s velkou energií a porušily napařenou hliníkovou elektrodu.

Obr. 33 Hliníková elektroda zničená ZnO

Výhodou tohoto materiálu ale je, že i když je v malých tloušťkách stejně jako korund průhledný, jeho index lomu je větší a tudíž i pouhým okem je možné sledovat rozložení tloušťky (rozdíl barev) na vzorku a i zde byla objevena nehomogenita (viz obrázek). Při bližším pohledu (naznačeno na Obr. 33) lze vidět, že pokud by byl materiál

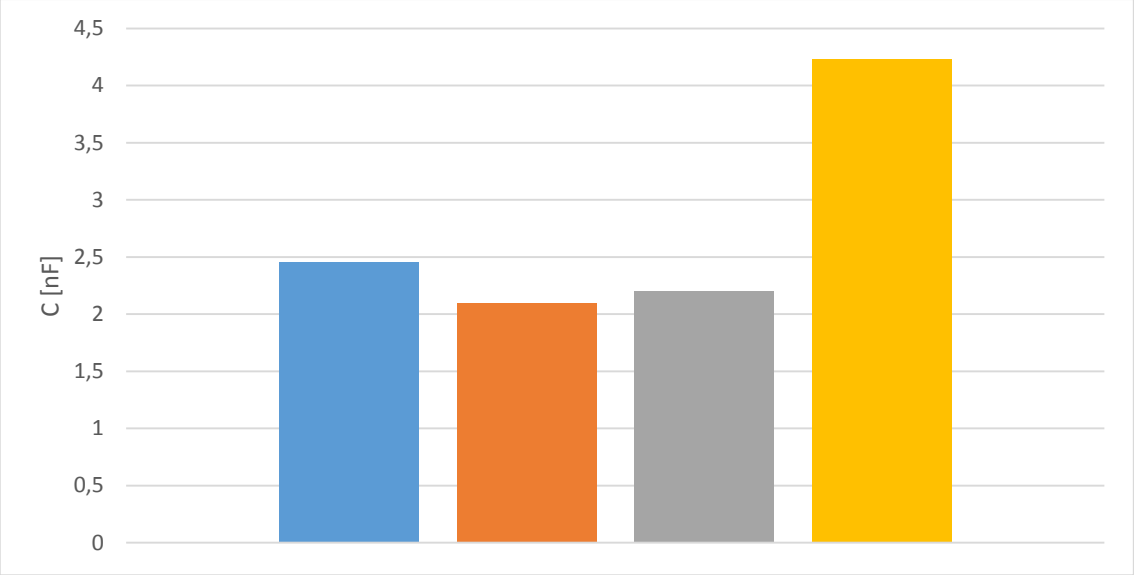
nanesen na dostatečně velkou podložku, tak by pravděpodobně vytvořil vzor soustředných kruhů, což by se dalo vysvětlit působení pole magnetronu.



Obr. 34 Příklad nehomogenity na ZnO

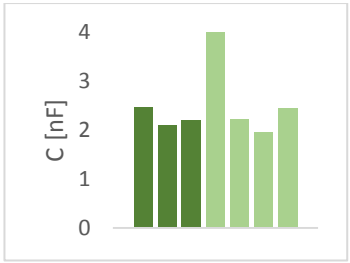
Ani tato změna tedy nepřinesla odhalení, co nehomogenity způsobuje a v dalších pokusech se již nepokračovalo vzhledem k časové náročnosti a množství již vyrobených vzorků.

S výsledky, které se povedlo naměřit, probíhalo další zkoumání a to konkrétně jak se liší kapacity kondenzátorů v závislosti na změně podmínek depozice. Aby bylo možné dané hodnoty porovnávat, bylo nutné na každém vzorku udělat aritmetický průměr všech hodnot a při dalším porovnání byl nutný aritmetický průměr všech hodnot kondenzátorů deponovaných za stejných podmínek. Nicméně jak již bylo řečeno dříve, některé z hodnot byly výrazně jiné než ostatní na stejném vzorku, což bylo způsobeno nehomogenitami či chybou při výrobě nebo měření. Aby jimi nebyly výsledky ovlivněny, byly tyto hodnoty při další práci s daty vyloučeny a to tak, že byl určen variační koeficient a pokud byl větší než 30%, byla věnována pozornost jednotlivým hodnotám na vzorku a z těch byly vyloučeny ty, které se od aritmetického průměru lišily o 50% nebo více. Tento postup byl v některých případech opakován, dokud variační koeficient nebyl menší nebo roven 30% a výsledek mohl být považován za neovlivněný těmito hodnotami. Stejný postup byl zvolen i při porovnávání všech hodnot kondenzátorů deponovaných při stejných podmínkách – zde byly rozdíly způsobeny tím, že ne všechny vzorky měly tyto podmínky stoprocentně stejné, občas klesl tlak apod. To je dobře vidět na následujícím grafu, kde jsou průměrné hodnoty vzorků deponovaných při 70W po dobu 20 minut. Tři ze vzorků vykazují zanedbatelně odlišné hodnoty, zatím co hodnota posledního je v podstatě dvojnásobná.



Graf 3 Průměrné hodnoty kapacity vzorků deponovaných při 70W po dobu 20 minut

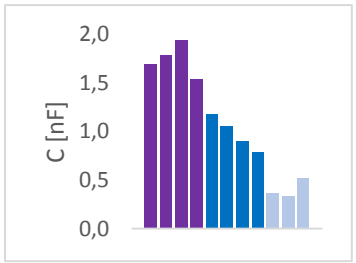
Poté, co byly provedeny nezbytné korekce, bylo možné provést zhodnocení naměřených výsledků. Jako první byly porovnány vzorky vytvořené při stejných výkonech tj. naprašované s výkonem 70W po dobu 20 a 30 minut; naprašované s výkonem 100W po dobu 20, 30 a 60 minut a naprašované s výkon 130W po dobu 30 a 45 minut. Výsledky těchto porovnání lze vidět na následujících grafech (detailněji v přílohách). Dle očekávání – vrstvy deponované po kratší dobu, měly v porovnání s těmi, co byly deponované za stejných podmínek ale delší dobu, větší kapacitu, tedy byly slabší.



70 W

20 minut - tmavá

30 minut - světlá

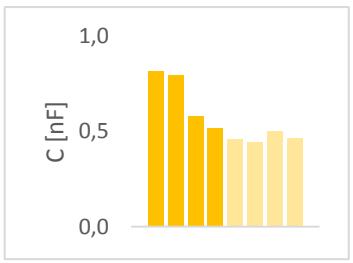


100 W

20 minut– fialová

30 minut – modrá

60 minut – světle modrá



130 W

30 minut – tmavá

45 minut - světlá

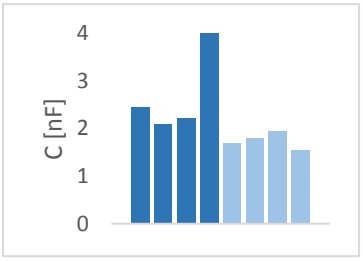
V následující tabulce lze vidět průměrné hodnoty vrstev vytvořených za stejných podmínek a o kolik procent se tyto vrstvy liší, pokud je jiný čas jejich depozice. A protože časové rozdíly nebyly vždy stejné, byl procentuální rozdíl vztažen na stejnou časovou jednotku – v tomto případě minutu.

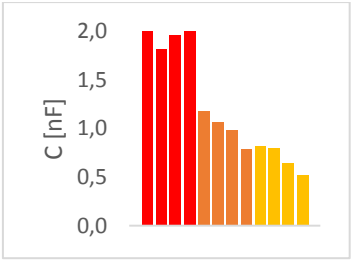
Tabulka 1 Rozdíly kapacit při odlišných časech depozice

			rozdíl	rozdíl [%]	rozdíl [%]/min
70W	20 minut	30 minut			
	2,994	2,189	0,81	26,9%	2,7%
100W	20 minut	30 minut			
	1,737	0,961	0,78	44,7%	4,5%
100W	30 minut	60 minut			
	0,961	0,382	0,58	60,2%	2,0%
130W	30 minut	45 minut			
	0,658	0,470	0,19	28,6%	2,9%
průměrný rozdíl [%/min]:					**3,0%**

Jak lze vidět, průměrný pokles kapacity (a tedy přírůstek tloušťky) byl 3% za minutu. Nepřesnosti v jednotkách procent se vyskytovaly v případě vrstev naprášených při 100W ale to bude pravděpodobně způsobeno chybou měření či nepřesnostmi při výrobě.

Jako další by provedeno porovnání vrstev, které byly deponovány stejnou dobu ale s odlišným výkonem. Postup byl stejný jako v předchozím případě. I zde lze vidět závislost velikosti kapacity na tom, jak velký výkon byl použit při naprašování a dle očekávání, byly při větší výkonu vytvořeny silnější vrstvy (menší kapacita).





<u>20 minut</u>

70W - tmavá

100W - světlá

<u>30 minut</u>

70W - červená

100W - oranžová

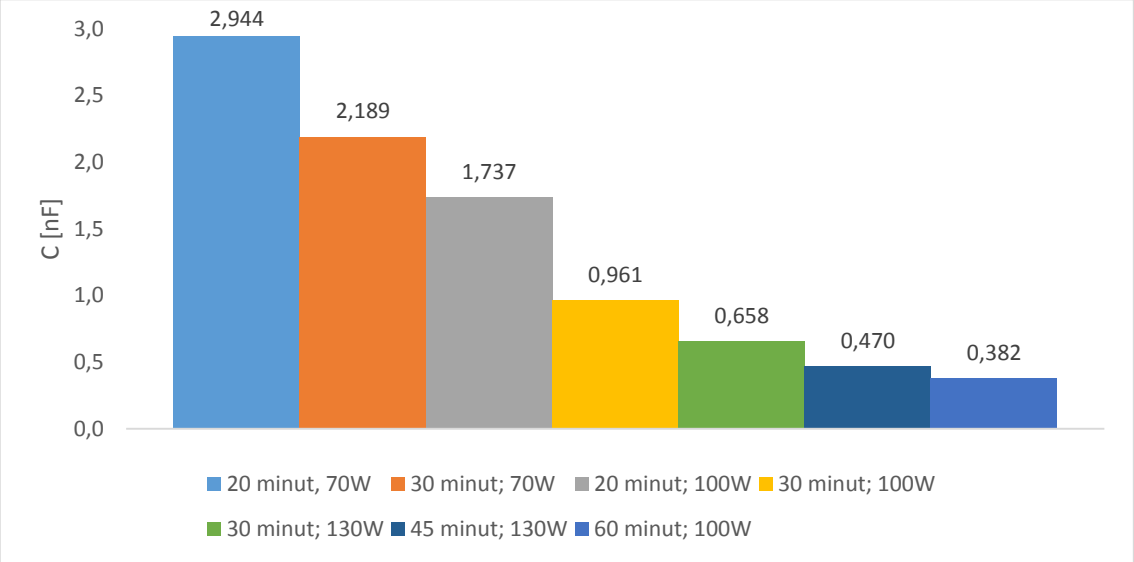
130W - žlutá

Opět byla vytvořena tabulka toho, jak velký je procentuální rozdíl mezi vrstvami. Vzhledem k tomu, že rozdíl mezi výkony byl vždy 30W, nebylo nutné hodnoty vztahovat k nějaké jednotce. Průměrně vyšlo, že každých 30W výkonu způsobí, že vrstva bude o 43% tlustší. Lze usuzovat, že každý watt výkonu přidá cca 1,5% tloušťky vrstvy, ale tento odhad je jen velice hrubý.

Tabulka 2 Rozdíly kapacit při odlišných výkonech při depozici

			rozdíl	rozdíl [%]
20 minut	70W	100W		
	2,994	1,737	1,257	42,0%
30 minut	70W	100W		
	2,189	0,961	1,228	56,1%
30 minut	100W	130W		
	0,961	0,658	0,303	31,5%
průměrný rozdíl [%]/min:				43,2%

Poté byly porovnány všechny vrstvy. Následující graf ukazuje, že výsledky odpovídají očekávání – tedy, že vrstvy deponované při menším výkonu po kratší čas, mají větší kapacitu. Lze také vidět, jak velkého rozmezí hodnot je možné dosáhnout změnou podmínek depozice. Pokud by byla cílem ještě menší kapacita, neměl by být problém. Jak lze vidět na vzorcích deponovaných při 100W po dobu 60 minut, je možné dosáhnout výrazně menší kapacity tím, že se prodlouží čas depozice. Nicméně pokud by bylo cíleno na to, udělat vrstvu slabší (větší kapacita), nebyl by tento způsobem vhodný, protože vrstvy deponované při menších napětí a po kratší čas, vykazovaly velice malou životnost (pravděpodobně malá elektrická pevnost).



Graf 4 Průměrné hodnoty kapacit

Proběhl také pokus o proměření závislosti kapacity na frekvenci, nicméně v tomto rozsahu frekvencí nebyly pozorovány žádné významné rozdíly.

4.6.1.1 Změna kapacity v čase

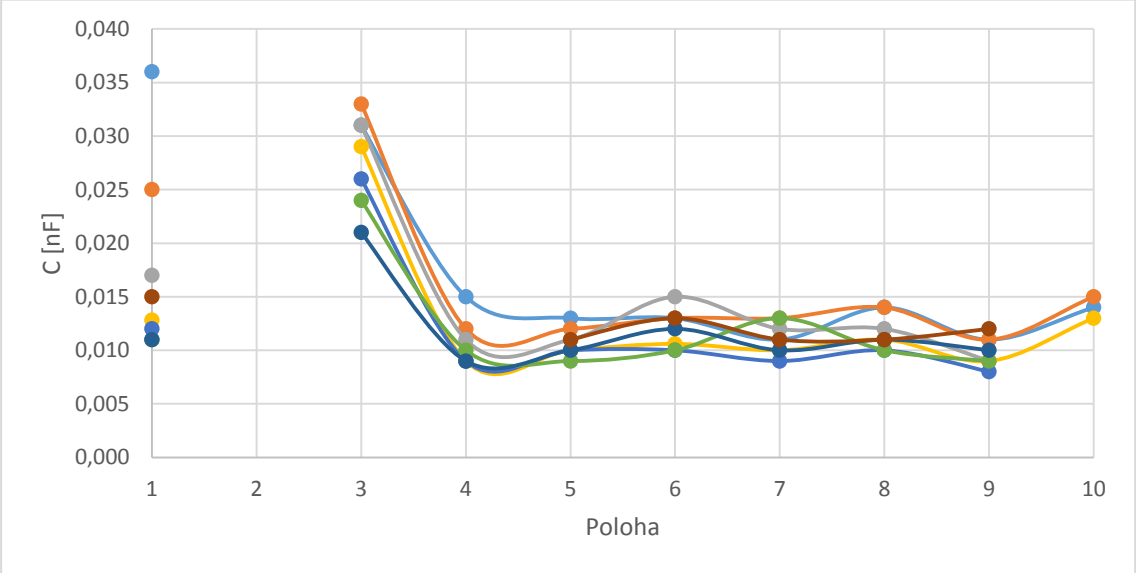
Další věcí, která byla v práci sledována, je to jestli tenká vrstva vytvořená naprašováním v čase degraduje. Způsobem jak to zjistit bylo dvojí proměření kapacity,

kdy druhé následovalo 14 dní po prvním. U spousty vrstev nastala situace, že při prvním měřením byla kapacita proměřena, ale při druhém to již nebylo možné. Je předpoklad, že by to mohlo být způsobeno tím, že v těchto místech byla vrstva velice slabá a tudíž časem zdegradovala. Nicméně u kondenzátorů, kde se podařilo naměřit kapacity v obou časech, byl zaznamenán pokles okolo 1%, což se ukazuje jako v podstatě zanedbatelné. Jen u jednoho vzorku byl pozorován vzrůst kapacity o 0,5%. Tabulku hodnot lze naleznout v příloze (0).

4.6.2 Ztrátový činitel

Při měření kapacity byl současně na vybraných vzorcích změřen i ztrátový činitel. Nicméně měření ztrátového činitele bylo poměrně problematické. Zaprvé kvůli tomu, že vrstvy měly malou elektrickou pevnost, a i když se proměřovali při napětí 50mV, tak často nevydržely opětované proměřování. Zadruhé krom jednoho vzorku všechny měly na jedné poloze při všech frekvencích mnohonásobně vyšší hodnotu než na ostatních polohách. Tato jedna poloha tedy byla při sestavování grafů vyloučena.

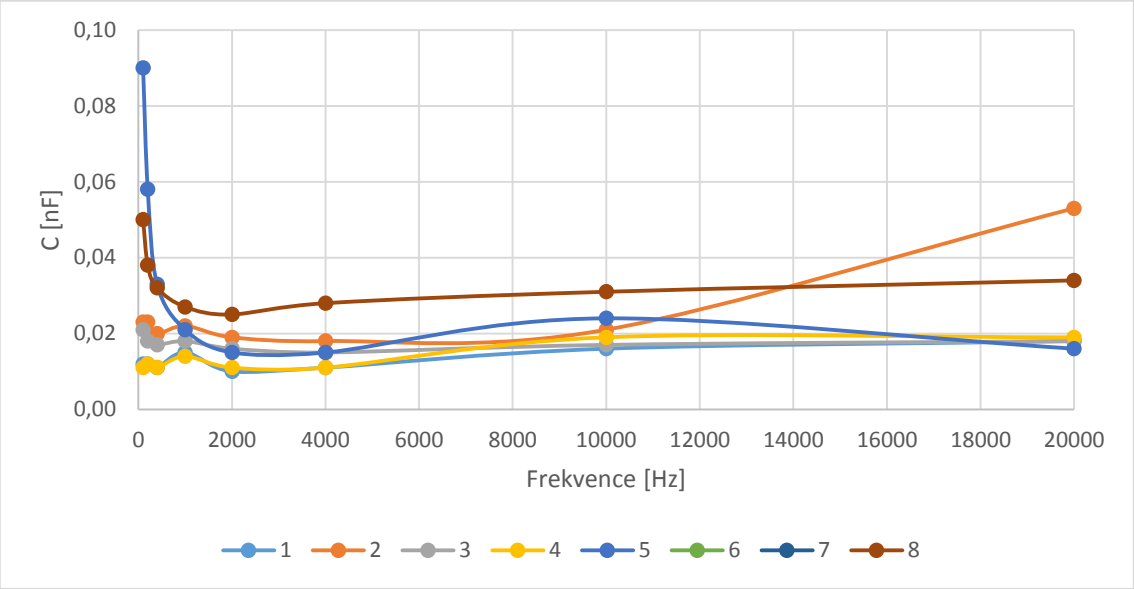
Co se týče rozložení ztrátového činitele v jednotlivých polohách vzorku, nedá se moc usuzovat. Jediné, co se dá říct je, že i když je rozložení naprosto nepravidelné, tak při všech frekvencích vykazují kondenzátory podobný trend (všechny tgδ v poloze 2 jsou větší než tgδ v poloze 3 apod.). To pokud je porovnáno s Obr. 34, kde je vidět jak je rozložena tloušťka na ZnO, tak je možné usuzovat, že to je opět způsobeno magnetronem.



Graf 5 Rozložení ztrátového činitele na vzorku

Zajímavější je již průběh závislosti tgδ jednotlivých kondenzátorů na frekvenci. Na všech můžeme vidět (krom několika odchylek, které mohou být způsobené chybou

měření), že vykazují velice strmý pokles pří prvních třech hodnotách frekvence a poté pomalý vzrůst na posledních dvou frekvencích.



Graf 6 Příklad závislosti kapacity na frekvenci

Nicméně, první tři hodnoty (100, 200 a 400Hz) mohou být nepřesné, protože při měření na těchto frekvencích pravděpodobně dochází k ovlivňování měření frekvencí napájecího napětí ze sítě, a proto zůstává otázkou, jestli vůbec nějaká závislost existuje. Pro proměření této závislosti by byl třeba přístroj s lepším odrušením vlivu sítě a také by bylo vhodné, kdyby poskytoval větší rozsah frekvencí, na nichž lze měřit.

4.6.3 Tloušťka

Jak již bylo řečeno dříve, způsobem, jakým byla zjišťována tloušťka u všech vzorků, bylo, že byla vypočtena z kapacity. Ve 4.4.1.1 byl uveden příklad tohoto výpočtu. Vzhledem k tomu, že všechny vzorky byly vypočteny pomocí stejného vzorce a v podstatě se dá říct, že tloušťka je při vynásobení určitou konstantou nepřímo úměrná kapacitě, tak nemá smysl opět uvádět všechny hodnoty a tvořit z nich grafy.

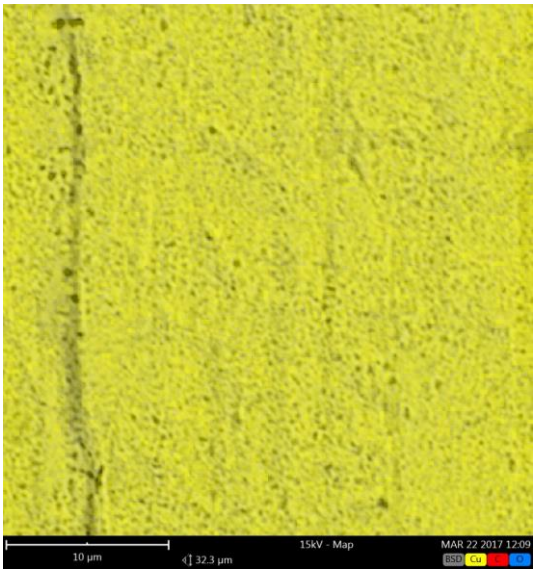
Výpočet se ale komplikuje tím, že relativní permitivita, která se používá při výpočtu, se s tloušťkou mění. Proběhl tedy pokus o zjištění „ideální“ relativní permitivity a to tak, že u přibližně třiceti kondenzátorů byla proměřena tloušťka pomocí přístroje Talystep. Vzhledem k tomu, že nebylo možné (kvůli konfiguraci vzorku) proměřit vrstvu přímo v místě kondenzátoru, byla vždy proměřena tloušťka vlevo a vpravo od kondenzátoru a z nich byl vytvořen průměr. Poté byla tato hodnota porovnána s vypočtenou a pomocí citlivostní analýzy byla s přesností na dvě desetinná místa určena relativní permitivita, jejíž hodnota byla $\varepsilon_r = 8{,}85$.

Naměřená hodnota tloušťky dále posloužila k tomu, aby byl proveden pokus o zjištění, jaký je průběh závislosti relativní permitivity na tloušťce. V tomto případě se nepodařila zjistit žádná závislost, jednotlivé body jsou nepravidelně rozmístěny a celkově má závislost se stoupající tloušťkou klesající tendenci, což je v rozporu s očekávaným výsledkem. To, že není očividná žádná závislost, bude pravděpodobně způsobeno chybami při proměřování tloušťky, které bylo opravdu velice nepřesné. Bylo by vhodné proměřit tloušťku vzorků ještě jinou, přesnější metodou ale bohužel to se již v rámci nestihlo a katedra, na které měření probíhalo, ani jiným zařízením, kterým by bylo možné tloušťku změřit, nedisponuje.

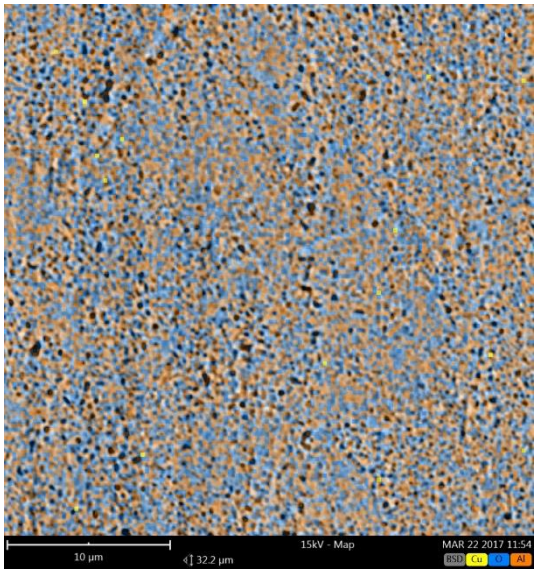
4.6.4 Optická analýza

4.6.4.1 Elektronový mikroskop

Proběhl pokus o prozkoumání vrstvy pomocí elektronového mikroskopu. Vzorek do elektronového mikroskopu musí mít výrazně menší rozměry, než byly vzorky vyráběné při této práci a proto při výrobě jednoho ze vzorků bylo do aparatury vloženo ještě krycí mikroskopické sklíčko. Bylo ale zjištěno (vzhledem k tomu, že korund i sklo jsou průhledné a zároveň nevodivé), že tento vzorek není možné prozkoumat. Dalším pokusem bylo použít jako substrát polovodič, konkrétně křemík, ale ani to nepomohlo. Vrstva tedy byla nanesena na měď, nicméně její povrch je velice hrubý a tak nebylo možné vrstvu sledovat ale jen provést materiálovou analýzu a ověřit, že se na substrátu nachází Al_2O_3 a podívat se jak je vrstva rozložená.



Obr. 35 Materiálová analýza – jen Cu



Obr. 36 Materiálová analýza – Al_2O_3 na Cu

Předchozí obrázky ukazují jak je vrstva rozložena a následující graf ukazuje jaký je procentuální obsah jednotlivých prvků. Jak lze vidět poměr Al:O je přibližně 2:3, což odpovídá očekávání.

Graf 7 Materiálová analýza – procentuální obsah prvků

4.6.4.2 Optický mikroskop

Většina ze vzorků byla prozkoumána pomocí optického mikroskopu, který umožnil bližší pohled na jednotlivé vzorky. Přibližně dvacet vzorků bylo proměřeno po celé jejich délce a asi u patnácti z nich byly poté při desetkrát větším zvětšení sejmuty obrázky jednotlivým kondenzátorů. To je samozřejmě velké množství snímků a tak jsou vloženy v příloze na DVD a zde budou uvedeny jen nějaké zajímavé ukázky. Na ukázku je zde vložen, který ukazuje jeden ze vzorků sejmutých pomocí optického mikroskopu.

Obr. 37 Vzorek sejmutý pomocí optického mikroskopu

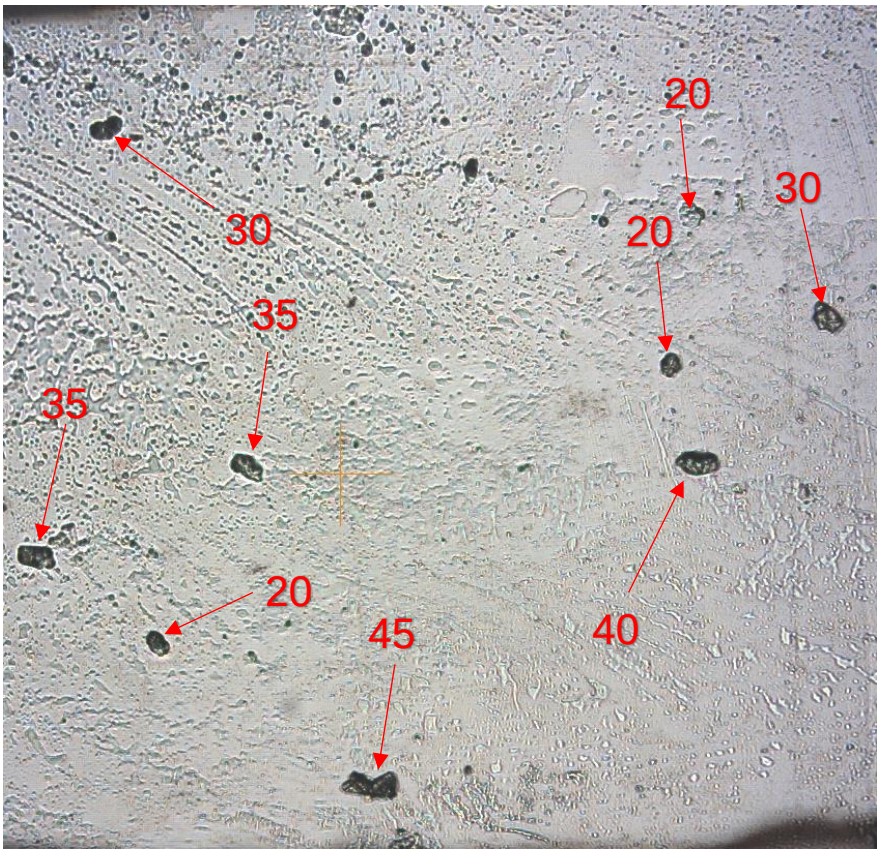
Tyto snímky pomohly v práci k tomu, aby pokud vzorek vykazoval nějaké neobvyklé hodnoty, tak bylo možné zjistit, jak tato vrstva vypadá ve skutečnosti. Ukázalo se, že je možné na kondenzátorech, které neukazovaly očekávané hodnoty, vidět odlišnou strukturu než u ostatních.

Také proběhl pokus o zjištění závislosti velikosti zrn na výkonu použitém při depozici. Bylo vybráno několik kondenzátorů a na nich byl změřen průměr několik zrn. Vždy byla snaha o změření podobného počtu zrn a byly vybírány ty nejvýraznější, by bylo měření alespoň trochu objektivní. Z těchto hodnot byl vypočten průměr. V následující tabulce jsou výsledky. Dle očekávání je vidět, že s rostoucím průměrem roste velikost zrn a že čas nemá na jejich velikost žádná vliv.

Tab. 3 Průměr zrn

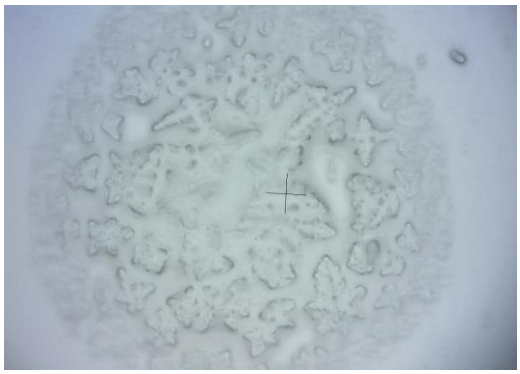
Čas depozice, výkon depozice	Průměr [μm]
30 minut, 70W	27
30 minut; 100W	33
60 minut; 100W	34
45 minut; 130W	45

Jak vypadal jeden ze změřených z vzorků lze vidět na následujícím obrázku

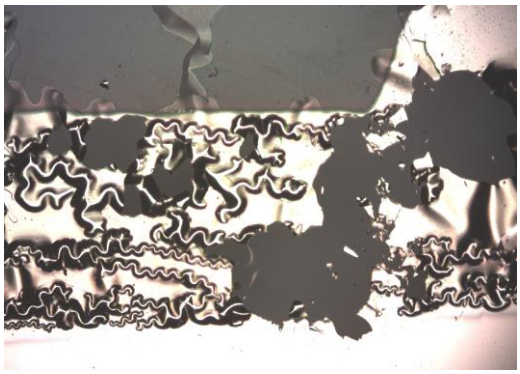


Obr. 38 Průměr zrn (v μm)

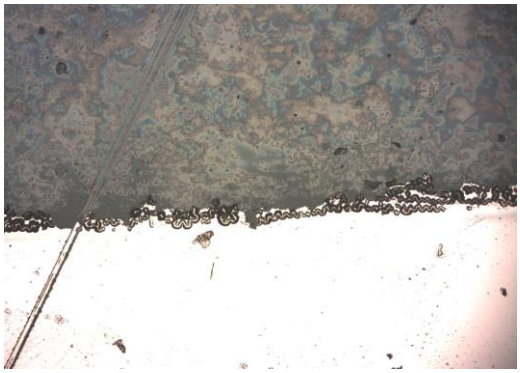
Kromě snímků jednotlivých kondenzátorů a celých vzorků, bylo také pod mikroskopem prozkoumána vrstva jen Al_2O_3, jen ZnO a poté jeden pokus, kdy bylo dielektrikem v kondenzátoru právě ZnO, které ale porušilo elektrodu.



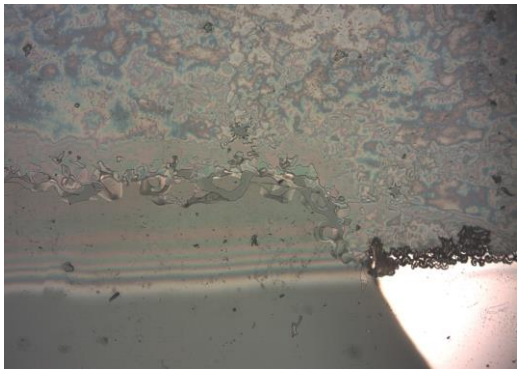
Obr. 39 Shluk částic Al_2O_3



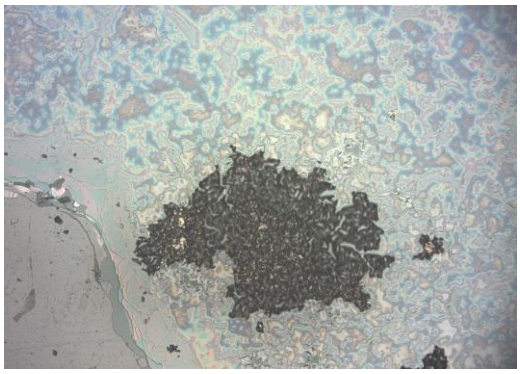
Obr. 40 Poničená hliníková elektroda (jedna z krajních poloh, kde nedopadalo tolik částic ZnO)



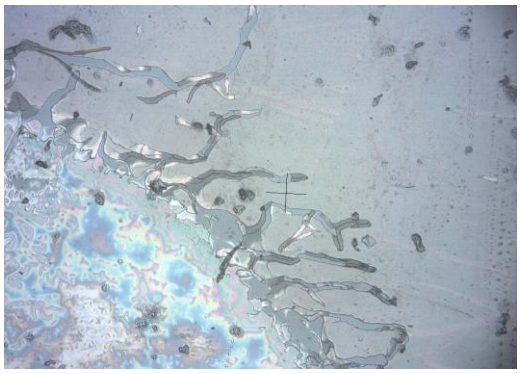
Obr. 41 Poničená hliníková elektroda (jedna ze středových poloh; nahoře dopadal ZnO, dole ne)



Obr. 42 Poničená hliníková elektroda (jedna ze středových poloh, nahoře: Al+ZnO; vlevo střed: ZnO; vlevo dole: sklo; vpravo dole: Al)

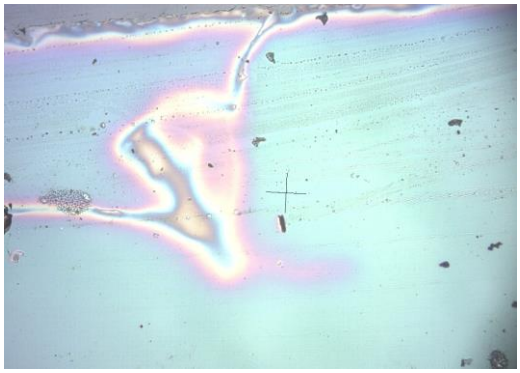


Obr. 43 Poničená hliníková elektroda (je vidět obrys původní elektrody a zbytek Al)



Obr. 44 Poničená hliníková elektroda (dole vlevo elektroda, zbytek sklo)

Obr. 45 ZnO na skle



Obr. 46 ZnO na skle (nehomogenita)

5 Závěr

Cílem této práce bylo zaměření se tenkovrstvé technologie, které jsou stále potřebnější vzhledem k miniaturizaci všech zařízení. Konkrétně byla práce zaměřena na naprašování nevodivých materiálů, což je oblast, která vyžaduje specifické podmínky při výrobě. Z těchto nevodivých materiálů – dielektrik, byly zhotoveny testovací vzorky ve formě kondenzátorů a následně byly několika způsoby prozkoumány jejich vlastnosti.

Proto, bylo nutné se seznámit s tím, jaké vlastně jsou dielektrické vlastnosti materiálů a jak se mění, pokud jsou tyto materiály ve formě tenkých vrstev. Pozornost zde byla zaměřena hlavně na permitivitu, kapacitu a ztrátový činitel. Povedlo se dohledat dřívější experimenty s Al_2O_3, které zkoumaly právě tyto vlastnosti a tak bylo možné porovnat, jak se výsledky naměřené v této práci shodují s těmi, co již naměřili jiní.

V další části byly probrány tenkovrstvé technologie, hlavně PVD. Byly zde uvedeny jak typy naprašování, tak typy napařování. Největší pozornost byla věnována magnetronovému naprašování, protože právě to, se v této práci používalo a jeho popis pomohl alespoň částečně objasnit některé jevy, které se při měření objevily.

Praktická část začala popisem použitých materiálů, přístrojů pro výrobu a přístrojů na měření. Je zde uvedeno, že bylo vyrobeno 27 vzorků v 7 různých kombinacích. Mimo tyto měřitelné vzorky bylo vyrobeno ještě několik dalších určených pro elektronový mikroskop, jen čisté vrstvy Al_2O_3 a ZnO a pokus o vytvoření kondenzátoru se ZnO.

Jako první byla u měřitelných vzorků proměřena kapacita a tyto data byla zpracována do grafů, které ukazují rozložení kapacity na každém ze vzorků. Toto měření splnilo očekávání, že vrstvy jsou ve středu silnější než na krajích (tudíž kapacita byla ve středu menší), což je dáno nerovnoměrným nanášením magnetronu. Nicméně některé z hodnot vykazovaly velké odchylky a tak proběhly pokusy zjistit, co to způsobuje. Bohužel se to zjistit nepodařilo a tak byly výsledky měření zkorigovány a některé z hodnot byly vyloučeny. Poté byly hodnoty naměřené u vzorků se stejnou konfigurací depozice zprůměrovány, aby bylo možné zjistit jaký je vliv podmínek depozice na výslednou vrstvu. Prokázalo se, že čím kratší čas je vrstva deponována, tím je slabší a tak, že čím menší výkon při depozici je, tím je vrstva slabší. Konkrétně bylo zjištěno, že při každé minutě depozice navíc vzroste tloušťka vrstvy průměrně o 3% a že s každým wattem výkonu vzroste průměrně o 1,5%. Z těchto hodnot je možné usuzovat, že je výhodnější přidat čas depozice než její výkon, nicméně z toho nelze udělat jednoznačný závěr, protože se jedná o dvě rozdílné veličiny. Dále byla kapacita proměřena po 14

dnech od prvního měření a bylo zjištěno, že za tu dobu klesla průměrně o 1%, což může být způsobeno i chybou měření a dá se tedy usuzovat, že vzorky nijak výrazně nepodléhají degradaci.

Současně s kapacitou byl u některých vzorků proměřen i ztrátový činitel. Toto měření bylo poměrně komplikované, protože vrstvy byly slabé a opakované proměřování způsobovalo zničení vzorků. Nebyla zjištěna žádná závislost ztrátového činitele na poloze vzorku, ale z naměřených hodnot se dá usoudit, že existuje mírně rostoucí lineární závislost na frekvenci, pokud jsou vyloučeny frekvence ovlivněné sítí.

Také byla proměřena tloušťka a porovnána s vypočtenou a byl provedena citlivostní analýza na zjištění relativní permitivity. Výsledná hodnota byla ε_r=8,85, což odpovídá očekávání.

Nakonec byly vzorky prozkoumány pomocí elektronového a optického mikroskopu. Snímky z optického mikroskopu byly ještě použity pro proměření velikosti zrn a povedlo se dokázat, že existuje závislost velikosti zrn na výkonu při depozici a to taková, že čím větší je výkon depozice, tím jsou i větší jednotlivá zrna.

V této práci se tedy podařilo dokázat některé z očekávaných závislostí a to konkrétně rozložení tloušťky vrstvy na vzorku a velikosti zrn na výkonu depozice, a také byl zjištěn vliv parametrů depozice na výsledné vrstvě. Nepodařilo se prokázat jaká je závislost relativní permitivity na tloušťce a také jaká je závislost ztrátového činitele na frekvenci.

6 Bibliografie

1. **Mentlík, Václav.** *Dielektrické prvky a systémy.* Praha : BEN - technická literatura, 2006.

2. **Koblížek, Vilém.** Dielektrické vlastnosti tuhých látek. *Laboratorní úlohy k předmětu A1B13VST.* [Online] [Citace: 15. květen 2017.] http://martin.feld.cvut.cz/~koblizek/X13MTV-lab_soubory/uloha_4.pdf.

3. **Wasa, Kiyotaka, Kitabatake, Makoto a Adachi, Hideaki.** *Thin film materials technology - Sputtering of coumpound materials.* New York : William Andrew, Inc., 2004. 0-8155-1483-2.

4. **-.** Corundum, Aluminim oxide, Alumina, 99,9%, Al2O3. *MatWeb - Material property data.* [Online] MatWeb. [Citace: 15. květen 2017.] http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=c8c56ad547ae4cfabad15977bfb537f1&ckck=1.

5. **Tadaszak, K., a další.** Properties of aluminium oxide thin films deposited in high effective reactive pulsed magnetron sputtering process. *Materials Science-Poland.* 2012, 30.

6. **Choi, Jae-Hoon, Ji-Woong, Kim a Oh, Tae-Sung.** Dielectric Properties and Leakage Current Characteristics of Al2O3 Thin Films with Thickness Variation. *Material Research Society.* 2001, 666.

7. **Birey, Hülya.** Thickness dependence of the dielectric constant and resistance of Al2O3 films. *Journal of Applied Physics.* 5209, 1977, 48.

8. **Argall, F a Jonscher, K.** *Dielectric properties of thin films of aluminum oxide and silicon oxide.* London : Physics Department, Chelsea College of Science and Technology, 1968.

9. **Berry, Robert W, Hall, Peter M a Harris, Murray T.** *Thin film technology.* New Jersey : D. Van Nostrand Company, Inc., 1968.

10. **Kocourek, Tomáš a Jelínek, Miroslav.** Laserová depozice tenkých vrstev. *DocPlayer.* [Online] [Citace: 16. květen 2017.] http://docplayer.cz/4717431-Laserova-depozice-tenkych-vrstev.html.

11. **Fakulta chemicko-inženýrská VŠCHT.** Iontové, reaktivní, magnetronové naprašování, iontová implementace. [Online] [Citace: 27. duben 2017.]

https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/04_naprasov%C3%A1n%C3%AD.pdf?redirected.

12. **Kim, Steven a Sohn, Minho.** *Magnetron negative ion sputter source. US 6570172 B2* 27. květen 2003.

13. **Horynová, Eva.** Využití tenkých vrstev ve výrobě hybridních integrovaných obvodů. Praha : ČVUT Fakulta elektrotechnická, 2015.

14. **Koblížek, Vilém.** Vytváření tenkých vrstev ve vakuu. *Laboratorní úlohy k předmětu A1B13VST.* [Online] [Citace: 27. 12 2014.] http://martin.feld.cvut.cz/~koblizek/A1B13VST-lab_soubory/Uloha_c.6.pdf.

15. **Laboratoř přesných elektrických měření.** Měřič RLCG BM 595. *Metlab.* [Online] [Citace: 3. květen 2017.] https://measure.feld.cvut.cz/groups/metrology/vybaveni/obr/BM595.pdf.

16. **Poblocki, Marcin.** PHYSICS EXPERIMENTS. [Online] 2014. [Citace: 15. duben 2017.] http://www.physicsexperiment.co.uk/content/photoelectric.html.

17. **Mrmak, Nebojsa, van Oorschot, Paul a Pustjens, Jan-Willem.** Capacitor guide. [Online] [Citace: 17. duben 2017.] http://www.capacitorguide.com/dielectric-materials/.

18. **Cinert, Jakub.** Vlastnosti naprašovaných dielektrických vrstev. Praha : ČVUT Fakulta elektrotechnická, 2008.

Seznam obrázků

Obr. 1 Pásová teorie pevných látek 12
Obr. 2 Polární dielektrikum 14
Obr. 3 Nepolární dielektrikum 15
Obr. 4 Dipólový moment 15
Obr. 5 Konfigurace deskového kondenzátoru 17
Obr. 6 Sestava pro CVD (3) 21
Obr. 7 Sestavy pro napařování (3) 22
Obr. 8 Odpařovací zdroje (9) 22
Obr. 9 Pulsní laserová depozice (10) 23
Obr. 10 Vyražení částice z terče 24
Obr. 11 Diodové naprašování (3) 25
Obr. 12 Sestavy pro naprašování s cylindrickým a planárním magnetronem (3) 26
Obr. 13 Průřez naprašovací sestavou s planárním magnetronem (12) 27
Obr. 14 Princip naprašování iontovým svazkem 27
Obr. 15 Růst nukleí v druhé vrstvě 28
Obr. 16 Náčrt vzorku 30
Obr. 17 Použitá napařovací sestava (14) 32
Obr. 18 Sestava použitá pro naprašování (14) 33
Obr. 19 Konfigurace Talysurfu 35
Obr. 20 Sejmutý profil po otevření v programu Taly Profile Gold 36
Obr. 21 Vyrovnaný profil pomocí funkce leveling 36
Obr. 22 Vyrovnaný a oříznutý profil 36
Obr. 23 Vyfiltrovaný průběh profilu 37
Obr. 24 Proměřená tloušťka vrstvy 37
Obr. 25 Ideální průřez vzorkem 37
Obr. 26 Příklady sejmutých profilů 38
Obr. 27 Výstup z optického mikroskopu 39
Obr. 28 Příklad závislosti kapacity na poloze kondenzátoru 40
Obr. 29 Příklad nehomogenity při měření kapacity 41
Obr. 30 Původní uchycení – pohled shora 41
Obr. 31 Původní uchycení – pohled z boku 42
Obr. 32 Nové uchycení 42
Obr. 33 Hliníková elektroda zničená ZnO 42
Obr. 34 Příklad nehomogenity na ZnO 43
Obr. 35 Materiálová analýza – jen Cu 49
Obr. 36 Materiálová analýza – Al_2O_3 na Cu 49

Obr. 37 Vzorek sejmutý pomocí optického mikroskopu 50
Obr. 38 Průměr zrn (v μM) 51
Obr. 39 Shluk částic Al_2O_3 52
Obr. 40 Poničená hliníková elektroda (jedna z krajních poloh, kde nedopadalo tolik částic ZnO) 52
Obr. 41 Poničená hliníková elektroda (jedna ze středových poloh; nahoře dopadal ZnO, dole ne) 52
Obr. 42 Poničená hliníková elektroda (jedna ze středových poloh, nahoře: Al+ZnO; vlevo střed: ZnO; vlevo dole: sklo; vpravo dole: Al) 52
Obr. 43 Poničená hliníková elektroda (je vidět obrys původní elektrody a zbytek Al) 52
Obr. 44 Poničená hliníková elektroda (dole vlevo elektroda, zbytek sklo) 52
Obr. 45 ZnO na skle 52
Obr. 46 ZnO na skle (nehomogenita) 52

Seznam tabulek

Tab. 1 Hodnoty permitivity dle různých zdrojů 16
Tab. 2 Vyrobené vzorky 34
Tab. 3 Průměr zrn 50
Tab. 4 Kapacita: výkon: 70W, čas depozice: 20 minut 60
Tab. 5 Kapacita: výkon: 100W, čas depozice: 20 minut 61
Tab. 6 Kapacita: výkon: 70W, čas depozice: 30 minut 62
Tab. 7 Kapacita: výkon:: 100W, čas depozice: 30 minut 63
Tab. 8 Kapacita: výkon: 100W, čas depozice: 60 minut 64
Tab. 9 Kapacita: výkon 130W, čas depozice: 30 minut 65
Tab. 10 Kapacita: výkon: 130W; čas depozice 45 minut 66
Tab. 11 Změna kapacity v čase 67
Tab. 12 Ztrátový činitel 68

Seznam grafů

Graf 1 Závislost relativní permitivity na tloušťce u Al_2O_3 (6), (7) 16
Graf 2 Závislost ztrátového činitele na frekvenci při různých teplotách pro SiO_2 a Al_2O_3 (8) 18
Graf 3 Průměrné hodnoty kapacity vzorků deponovaných při 70W po dobu 20 minut 44
Graf 4 Průměrné hodnoty kapacit 46
Graf 5 Rozložení ztrátového činitele na vzorku 47
Graf 6 Příklad závislosti kapacity na frekvenci 48
Graf 7 Materiálová analýza – procentuální obsah prvků 50
Graf 8 Kapacita: výkon: 70W, čas depozice: 20 minut 70
Graf 9 Kapacita: výkon: 70W, čas depozice: 30 minut 70

GRAF 10 KAPACITA: VÝKON: 100W, ČAS DEPOZICE: 20 MINUT 71
GRAF 11 KAPACITA: VÝKON: 100W, ČAS DEPOZICE: 30 MINUT 71
GRAF 12 KAPACITA: VÝKON: 100W, ČAS DEPOZICE: 60 MINUT 72
GRAF 13 KAPACITA: VÝKON: 130W, ČAS DEPOZICE: 30 MINUT 72
GRAF 14 KAPACITA: VÝKON: 130W, ČAS DEPOZICE: 45 MINUT 73
GRAF 15 POROVNÁNÍ KAPACIT VRSTEV DEPONOVANÝCH PŘI 70 W 73
GRAF 16 POROVNÁNÍ PRŮMĚRNÝCH HODNOT KAPACITY VRSTEV DEPONOVANÝCH PŘI 70 W 74
GRAF 17 POROVNÁNÍ KAPACIT VRSTEV DEPONOVANÝCH PŘI 100 W 74
GRAF 18 POROVNÁNÍ PRŮMĚRNÝCH HODNOT KAPACITY VRSTEV DEPONOVANÝCH PŘI 100 W 75
GRAF 19 POROVNÁNÍ KAPACIT VRSTEV DEPONOVANÝCH PŘI 130 W 75
GRAF 20 POROVNÁNÍ PRŮMĚRNÝCH HODNOT KAPACITY VRSTEV DEPONOVANÝCH PŘI 130 W 76
GRAF 21 POROVNÁNÍ KAPACIT VRSTEV DEPONOVANÝCH 20 MINUT 76
GRAF 22 POROVNÁNÍ PRŮMĚRNÝCH HODNOT KAPACITY VRSTEV DEPONOVANÝCH 20 MINUT 77
GRAF 23 POROVNÁNÍ KAPACIT VRSTEV DEPONOVANÝCH 30 MINUT 77
GRAF 24 POROVNÁNÍ PRŮMĚRNÝCH HODNOT KAPACITY VRSTEV DEPONOVANÝCH 30 MINUT 78
GRAF 25 POROVNÁNÍ PRŮMĚRNÝCH KAPACIT VŠECH VZORKŮ 78
GRAF 26 ZTRÁTOVÝ ČINITEL: VÝKON: 70W; ČAS DEPOZICE: 20 MINUT 79
GRAF 27 ZTRÁTOVÝ ČINITEL: VÝKON: 70W; ČAS DEPOZICE: 30 MINUT 79
GRAF 28 ZTRÁTOVÝ ČINITEL: VÝKON: 100W; ČAS DEPOZICE: 20 MINUT 80
GRAF 29 ZTRÁTOVÝ ČINITEL: VÝKON: 100W; ČAS DEPOZICE: 30 MINUT 80
GRAF 30 ZTRÁTOVÝ ČINITEL: VÝKON: 130W; ČAS DEPOZICE: 30 MINUT 81

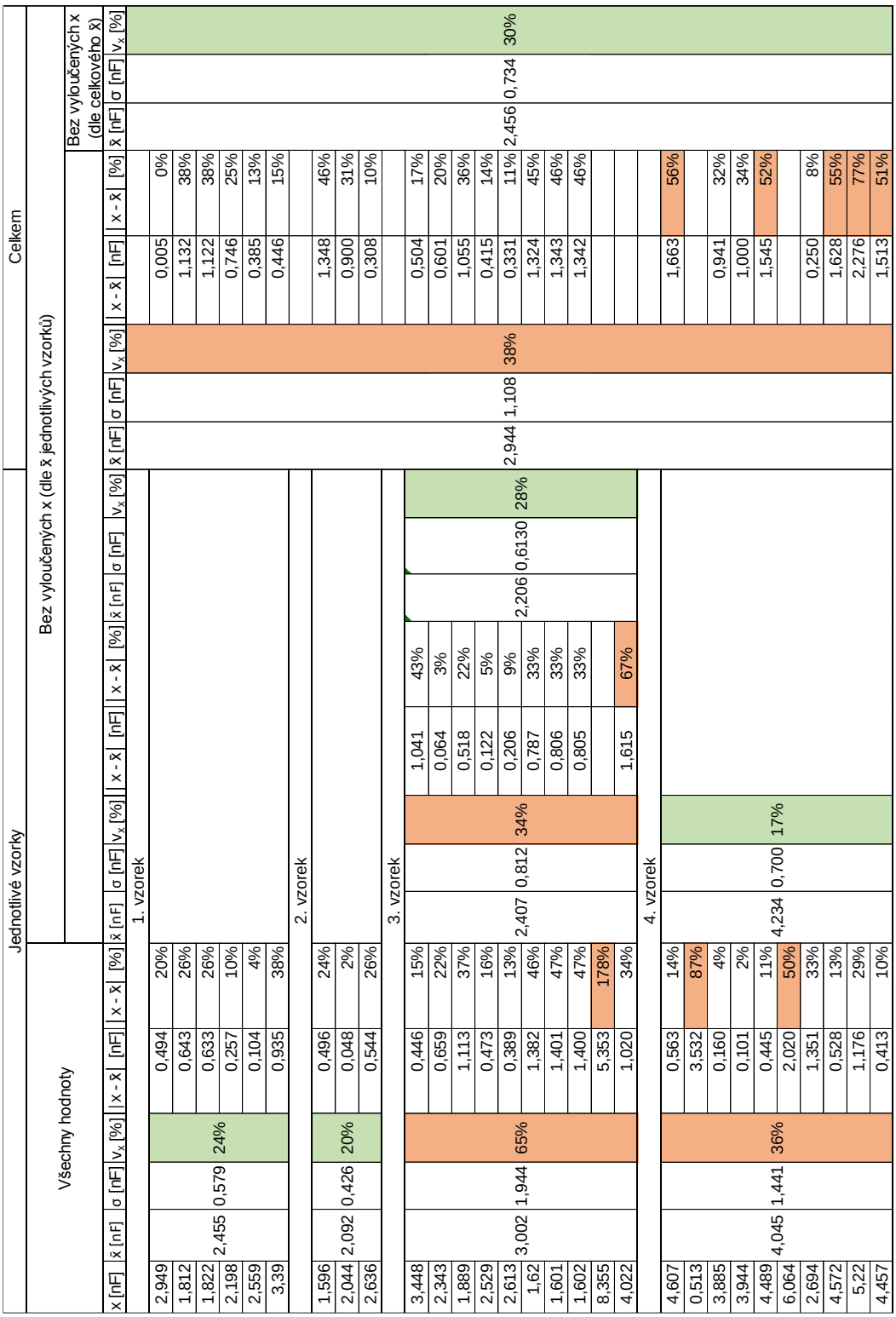
7 Přílohy

7.1 Tabulky

7.1.1 Naměřené kapacity

7.1.1.1 Výkon: 70W, čas depozice: 20 minut

Tab. 4 Kapacita: výkon: 70W, čas depozice: 20 minut



Jednotlivé vzorky														Celkem							
Všechny hodnoty						Bez vyloučených x (dle x̄ jednotlivých vzorků)													Bez vyloučených x (dle celkového x̄)		
x [nF]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]
1. vzorek																					
2,949	2,455	0,579	24%	0,494	20%												0,005	0%			
1,812				0,643	26%												1,132	38%			
1,822				0,633	26%												1,122	38%			
2,198				0,257	10%												0,746	25%			
2,559				0,104	4%												0,385	13%			
3,39				0,935	38%												0,446	15%			
2. vzorek																					
1,596	2,092	0,426	20%	0,496	24%												1,348	46%			
2,044				0,048	2%												0,900	31%			
2,636				0,544	26%												0,308	10%			
3. vzorek																					
3,448	3,002	1,944	65%	0,446	15%	2,407	0,812	34%	1,041	43%	2,206	0,6130	28%	2,944	1,108	38%	0,504	17%	2,456	0,734	30%
2,343				0,659	22%				0,064	3%							0,601	20%			
1,889				1,113	37%				0,518	22%							1,055	36%			
2,529				0,473	16%				0,122	5%							0,415	14%			
2,613				0,389	13%				0,206	9%							0,331	11%			
1,62				1,382	46%				0,787	33%							1,324	45%			
1,601				1,401	47%				0,806	33%							1,343	46%			
1,602				1,400	47%				0,805	33%							1,342	46%			
8,355				5,353	178%																
4,022				1,020	34%				1,615	67%											
4. vzorek																					
4,607	4,045	1,441	36%	0,563	14%	4,234	0,700	17%									1,663	56%			
0,513				3,532	87%																
3,885				0,160	4%												0,941	32%			
3,944				0,101	2%												1,000	34%			
4,489				0,445	11%												1,545	52%			
6,064				2,020	50%																
2,694				1,351	33%												0,250	8%			
4,572				0,528	13%												1,628	55%			
5,22				1,176	29%												2,276	77%			
4,457				0,413	10%												1,513	51%			

7.1.1.2 Výkon: 100W, čas depozice: 20 minut

Tab. 5 Kapacita: výkon: 100W, čas depozice: 20 minut

Jednotlivé vzorky						Celkem		
x [nF]	x̄ [nF]	σ [nF]	vx [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	vx [%]
1. vzorek								
1,958	1,694	0,326	19%	0,264	16%	1,737	0,385	22%
1,255				0,439	26%			
1,419				0,275	16%			
1,705				0,011	1%			
2,135				0,441	26%			
2. vzorek								
2,068	1,787	0,468	26%	0,281	16%			
1,333				0,454	25%			
1,336				0,451	25%			
2,410				0,623	35%			
3. vzorek								
2,350	1,939	0,355	18%	0,411	21%			
1,910				0,029	1%			
1,720				0,219	11%			
1,580				0,359	19%			
1,900				0,039	2%			
1,770				0,169	9%			
1,560				0,379	20%			
1,650				0,289	15%			
2,270				0,331	17%			
2,680				0,741	38%			
4. vzorek								
1,994	1,536	0,281	18%	0,458	30%			
1,701				0,165	10%			
1,920				0,384	23%			
1,074				0,462	27%			
1,398				0,138	8%			
1,477				0,059	3%			
1,248				0,288	17%			
1,315				0,221	13%			
1,513				0,023	1%			
1,723				0,187	11%			

7.1.1.3 Výkon: 70W, čas depozice: 30 minut

Tab. 6 Kapacita: výkon: 70W, čas depozice: 30 minut

Jednotlivé vzorky						Celkem					
Všechny hodnoty						Bez vyloučených x (dle x̄ jednotlivých vzorků)					
x [nF]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]
1. vzorek									2,189	0,527	24%
2,185	2,213	0,501	23%	0,028	1%						
1,639				0,574	26%						
1,669				0,544	25%						
2,185				0,028	1%						
2,486				0,274	12%						
3,111				0,899	41%						
2. vzorek											
0,769	1,814	0,873	48%	1,045	58%	Vzorek byl vyloučen z důvodu nedostatku hodnot					
1,768				0,046	3%						
2,906				1,092	60%						
3. vzorek											
1,915	1,958	0,371	19%	0,043	2%						
1,686				0,272	14%						
1,678				0,280	14%						
1,747				0,211	11%						
1,863				0,095	5%						
1,992				0,034	2%						
2,828				0,870	44%						
4. vzorek											
2,808	2,132	1,117	52%	0,676	32%	2,435	0,588	24%			
2,699				0,567	27%						
2,598				0,466	22%						
3,100				0,968	45%						
4,276				2,144	101%						
0,796				1,336	63%						
0,914				1,218	57%						
0,722				1,410	66%						
1,301				0,831	39%						
2,105				0,027	1%						

7.1.1.4 Výkon: 100W, čas depozice: 30 minut

Tab. 7 Kapacita: výkon:: 100W, čas depozice: 30 minut

Jednotlivé vzorky									Celkem		
Všechny hodnoty						Bez vyloučených x (dle x̄ jednotlivých vzorků)					
x [nF]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]
1. vzorek									0,961	0,265	28%
1,554	1,177	0,194	16%	0,377	32%						
1,258				0,081	7%						
1,021				0,156	13%						
0,962				0,215	18%						
1,164				0,013	1%						
1,101				0,076	6%						
2. vzorek											
1,595	1,060	0,223	21%	0,535	51%						
1,188				0,128	12%						
1,001				0,059	6%						
0,970				0,090	8%						
0,988				0,072	7%						
0,870				0,190	18%						
0,762				0,298	28%						
1,107				0,047	4%						
1,056				0,004	0%						
3. vzorek											
1,650	0,986	0,331	34%	0,664	67%	0,903	0,248	27%			
1,215				0,229	23%						
1,294				0,308	31%						
0,715				0,271	27%						
0,742				0,244	25%						
0,608				0,378	38%						
0,670				0,316	32%						
0,880				0,106	11%						
1,101				0,115	12%						
4. vzorek											
1,325	0,790	0,217	28%	0,536	68%						
1,019				0,230	29%						
0,750				0,040	5%						
0,777				0,013	2%						
0,704				0,086	11%						
0,642				0,148	19%						
0,568				0,222	28%						
0,569				0,221	28%						
0,725				0,065	8%						
0,816				0,027	3%						

7.1.1.5 Výkon: 100W, čas depozice: 60 minut

Tab. 8 Kapacita: výkon: 100W, čas depozice: 60 minut

Jednotlivé vzorky									Celkem							
Všechny hodnoty						Bez vyloučených x (dle x̄ jednotlivých vzorků)										
														Bez vyloučených x (dle celkového x̄)		
x [nF]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]
1. vzorek									0,392	0,133	34%			0,382	0,116	30%
0,485	0,370	0,084	23%	0,116	31%							0,093	24%			
0,415				0,046	12%							0,023	6%			
0,296				0,074	20%							0,096	24%			
0,282				0,088	24%							0,110	28%			
0,259				0,111	30%							0,133	34%			
0,259				0,111	30%							0,133	34%			
0,261				0,109	29%							0,131	33%			
0,416				0,047	13%							0,024	6%			
3. vzorek																
0,297	0,338	0,119	35%	0,041	12%	0,270	0,028	10%				0,095	24%			
0,252				0,086	25%							0,140	36%			
0,257				0,081	24%							0,135	34%			
0,230				0,108	32%							0,162	41%			
0,273				0,065	19%							0,119	30%			
0,313				0,025	7%							0,079	20%			
0,524				0,187	55%							0,132	34%			
0,554				0,217	64%							0,162	41%			
4. vzorek																
0,689	0,524	0,089	17%	0,165	32%							0,297	76%			
0,542				0,018	4%							0,150	38%			
0,485				0,039	7%							0,093	24%			
0,545				0,021	4%							0,153	39%			
0,494				0,030	6%							0,102	26%			
0,401				0,123	23%							0,009	2%			
0,394				0,130	25%							0,002	1%			
0,548				0,024	5%							0,156	40%			
0,614				0,090	17%							0,222	57%			

7.1.1.6 Výkon: 130W, čas depozice: 30 minut

Tab. 9 Kapacita: výkon 130W, čas depozice: 30 minut

Jednotlivé vzorky									Celkem		
Všechny hodnoty						Bez vyloučených x (dle x̄ jednotlivých vzorků)					
x [nF]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]
1. vzorek									0,658	0,190	29%
0,787	0,818	0,134	16%	0,031	4%						
0,658				0,160	20%						
0,790				0,028	3%						
0,786				0,032	4%						
1,067				0,249	31%						
2. vzorek											
1,088	0,796	0,176	22%	0,292	37%						
0,880				0,084	11%						
0,633				0,163	20%						
0,602				0,194	24%						
0,664				0,132	17%						
0,907				0,111	14%						
3. vzorek											
0,720	0,645	0,195	30%	0,075	12%	0,579	0,115	20%			
0,489				0,156	24%						
0,466				0,179	28%						
0,496				0,149	23%						
0,547				0,098	15%						
0,753				0,108	17%						
1,047				0,402	62%						
4. vzorek											
0,623	0,516	0,113	22%	0,107	21%						
0,591				0,075	15%						
0,460				0,056	11%						
0,382				0,134	26%						
0,398				0,118	23%						
0,407				0,109	21%						
0,557				0,041	8%						
0,707				0,191	37%						

7.1.1.7 Výkon: 130W, čas depozice: 45 minut

Tab. 10 Kapacita: výkon: 130W; čas depozice 45 minut

Jednotlivé vzorky						Celkem					
Všechny hodnoty						Bez vyloučených x (dle x̄ jednotlivých vzorků)					
x [nF]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	|x - x̄| [nF]	|x - x̄| [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]	x̄ [nF]	σ [nF]	v_x [%]
1. vzorek									0,470	0,116	25%
0,358	0,460	0,090	20%	0,102	22%						
0,397				0,063	14%						
0,494				0,035	8%						
0,589				0,130	28%						
2. vzorek											
0,470	0,446	0,105	23%	0,024	5%						
0,278				0,168	38%						
0,396				0,050	11%						
0,494				0,048	11%						
0,592				0,146	33%						
3. vzorek											
0,732	0,539	0,160	30%	0,193	36%	0,499	0,119	24%			
0,567				0,028	5%						
0,394				0,145	27%						
0,437				0,102	19%						
0,396				0,143	27%						
0,390				0,149	28%						
0,455				0,084	16%						
0,619				0,080	15%						
0,862				0,323	60%						
4. vzorek											
0,795	0,496	0,155	31%	0,299	60%	0,463	0,125	27%			
0,593				0,097	20%						
0,703				0,207	42%						
0,383				0,113	23%						
0,531				0,035	7%						
0,526				0,030	6%						
0,321				0,175	35%						
0,338				0,158	32%						
0,427				0,069	14%						
0,345				0,151	30%						

7.1.2 Změna kapacity v čase

Tab. 11 Změna kapacity v čase

C v čase t_0 [nF]	C v čase t_1 [nF]	rozdíl [nF]	rozdíl [%]
1,639	1,625	0,014	0,854%
1,669	1,654	0,015	0,899%
2,486	2,467	0,019	0,764%
3,111	3,095	0,016	0,514%
1,325	1,31	0,015	1,132%
1,019	1,019	0,000	0,000%
0,75	0,743	0,007	0,933%
0,704	0,701	0,003	0,426%
0,642	0,639	0,003	0,467%
0,568	0,563	0,005	0,880%
0,569	0,566	0,003	0,527%
0,725	0,722	0,003	0,414%
0,816	0,81	0,006	0,735%
1,65	1,637	0,013	0,788%
1,215	1,207	0,008	0,658%
1,294	1,283	0,011	0,850%
0,715	0,708	0,007	0,979%
0,608	0,602	0,006	0,987%
0,88	0,873	0,007	0,795%
1,101	1,094	0,007	0,636%
0,787	0,779	0,008	1,017%
0,658	0,654	0,004	0,608%
1,088	1,093	-0,005	-0,460%
0,714	0,709	0,005	0,700%
2,068	2,038	0,030	1,451%
1,56	1,549	0,011	0,705%
1,65	1,634	0,016	0,970%

7.1.3 Ztrátový činitel

Tab. 12 Ztrátový činitel

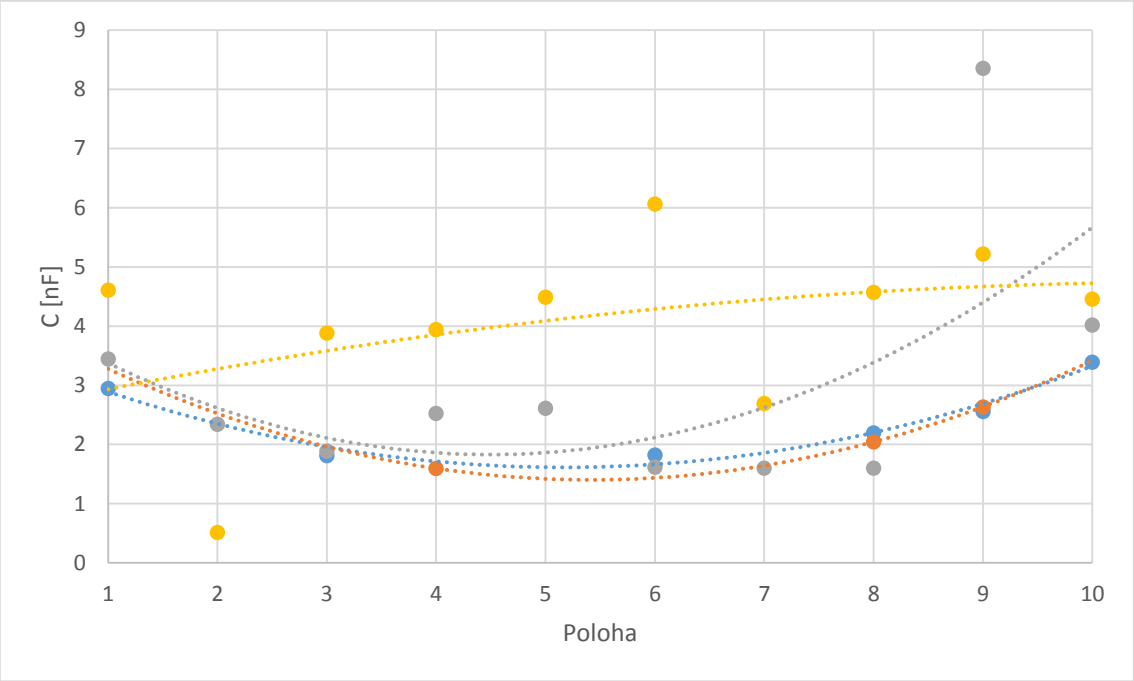
Poloha	Frekvence [Hz]							
	100	200	400	1000	2000	4000	10000	20000
70W; 20 minut								
1	0,012	0,012	0,011	0,015	0,010	0,011	0,016	0,018
2	0,023	0,023	0,020	0,022	0,019	0,018	0,021	0,053
3	0,021	0,018	0,017	0,018	0,016	0,015	0,017	0,018
4	0,011	0,012	0,011	0,014	0,011	0,011	0,019	0,019
5	0,090	0,058	0,033	0,021	0,015	0,015	0,024	0,016
6								
7								
8	0,050	0,038	0,032	0,027	0,025	0,028	0,031	0,034
9	1,146	0,586	0,307	0,131	0,074	0,067	6,800	4,110
10								
100W; 20 minut								
1	0,036	0,025	0,017	0,013	0,012	0,011	0,011	0,015
2								
3	0,031	0,033	0,031	0,029	0,026	0,024	0,021	
4	0,015	0,012	0,011	0,009	0,009	0,010	0,009	
5	0,013	0,012	0,011	0,010	0,010	0,009	0,010	0,011
6	0,013	0,013	0,015	0,011	0,010	0,010	0,012	0,013
7	0,011	0,013	0,012	0,010	0,009	0,013	0,010	0,011
8	0,014	0,014	0,012	0,011	0,010	0,010	0,011	0,011
9	0,011	0,011	0,009	0,009	0,008	0,009	0,010	0,012
10	0,014	0,015		0,013				
70W; 30 minut								
1	0,018	0,017	0,016	0,016	0,016	0,017	0,019	0,020
2	0,016	0,016	0,015	0,015	0,015	0,016	0,019	0,021
3	0,017	0,017	0,016	0,016	0,016	0,017	0,019	0,021
4								
5	0,037	0,033	0,030	0,028	0,027	0,026	0,027	0,028
6	0,027	0,024	0,022	0,021	0,019	0,019	0,020	0,021
7	0,031	0,026	0,022	0,021	0,024	0,019	0,019	0,021
8	0,026	0,025	0,021	0,018	0,017	0,017	0,018	0,020
9	0,021	0,019	0,016	0,016	0,015	0,016	0,017	0,019
10	0,029	0,025	0,023	0,023	0,020	0,020	0,021	0,022
100W; 30 minut								
1	0,017	0,015	0,013	0,009	0,009	0,009	0,011	0,014
2	0,019	0,017	0,015	0,010	0,009	0,009	0,010	0,012
3	0,024	0,019	0,017	0,012	0,011	0,011	0,012	0,018
4	0,023	0,018	0,017	0,012	0,011	0,011	0,013	0,014
5	0,034	0,028	0,025	0,016	0,014	0,014	0,014	0,015
6								
7	0,024	0,018	0,016	0,013	0,012	0,013	0,014	0,016

8	0,042	0,033	0,029	0,020	0,020	0,019	0,021	0,026
9	0,022	0,018	0,015	0,011	0,011			
10	0,046	0,041	0,036	0,030	0,025			
130W; 30 minut								
1	0,009	0,013	0,010	0,009	0,008			
2	0,014	0,015	0,012	0,010	0,009			
3	250,000	125,000	62,000	25,000	12,600	6,300	2,500	1,300
4	0,025	0,021	0,016	0,014	0,013	0,012	0,012	0,012
5	0,024	0,019	0,017	0,014	0,012	0,012	0,011	0,011
6	0,021	0,018	0,016	0,013	0,012	0,012	0,012	0,012
7	0,017	0,019	0,016	0,014	0,013	0,013	0,013	0,014
8	0,029	0,022	0,018	0,018	0,016	0,016	0,016	0,019
9	0,016	0,010	0,010	0,008	0,007	0,070	0,008	0,009
10	0,012	0,010	0,008	0,007	0,007	0,007	0,008	0,009
130W; 45 minut								
1	0,009	0,009	0,008	0,007				
2	0,010	0,010	0,008	0,007	0,006	0,006	0,007	0,008
3	0,021	0,014	0,011	0,008	0,008	0,008	0,008	0,009
4	0,018	0,013	0,010	0,009	0,008	0,008	0,009	0,010
5	0,022			0,010				
6	0,014	0,011	0,011	0,010	0,009	0,008	0,009	0,009
7	0,013	0,011	0,011	0,009	0,009	0,008	0,009	0,009
8	0,027	0,019	0,014	0,010	0,009	0,008	0,009	0,010
9	0,248	0,130	0,069	0,032	0,020	0,015	0,011	0,010
10	0,007	0,010	0,009	0,007	0,008	0,008	0,010	0,010

7.2 Grafy

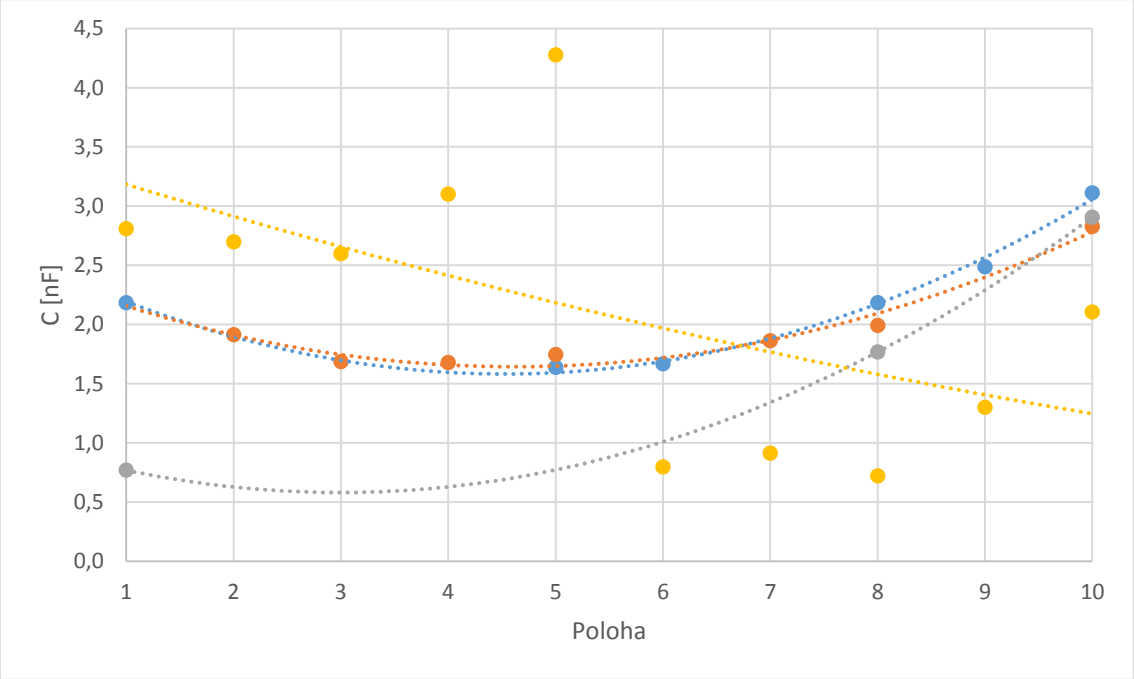
7.2.1 Naměřené kapacity

7.2.1.1 Výkon: 70W, čas depozice: 20 minut



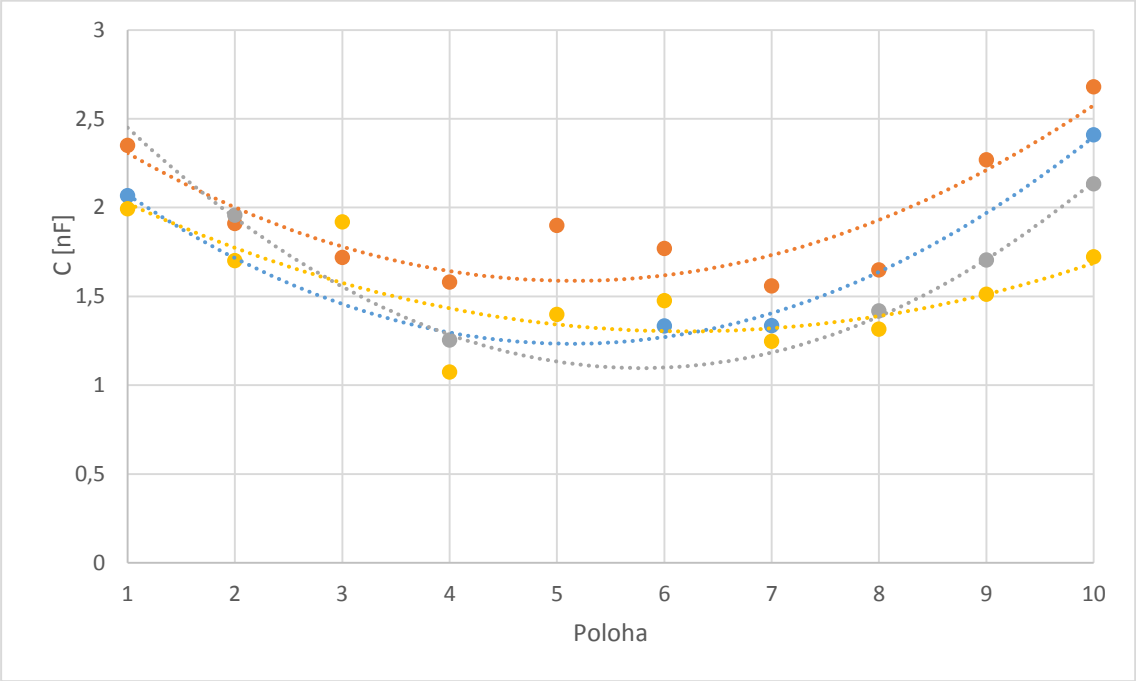
Graf 8 Kapacita: výkon: 70W, čas depozice: 20 minut

7.2.1.2 Výkon: 70W, čas depozice: 30 minut



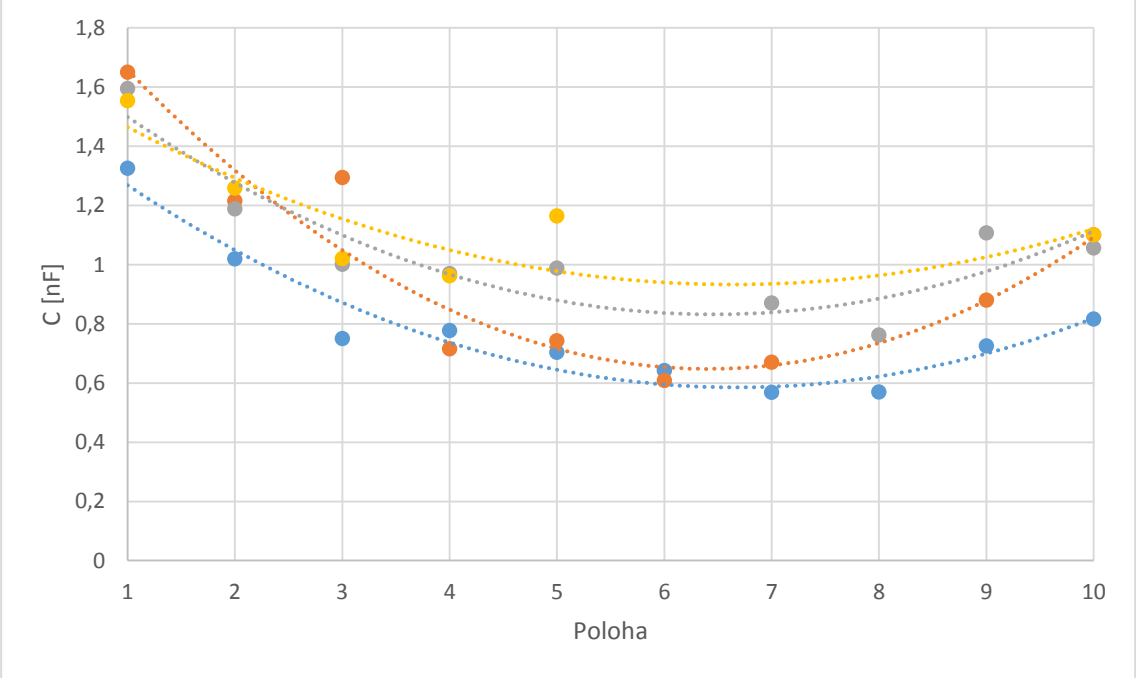
Graf 9 Kapacita: výkon: 70W, čas depozice: 30 minut

7.2.1.3 Výkon: 100W, čas depozice: 20 minut



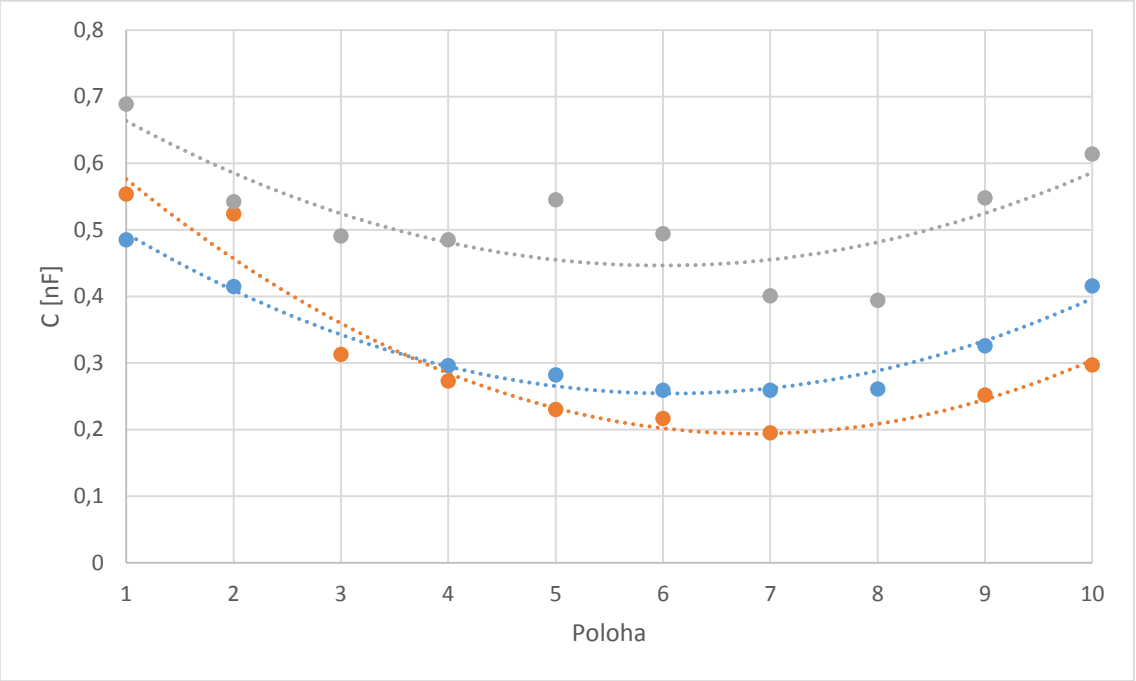
Graf 10 Kapacita: výkon: 100W, čas depozice: 20 minut

7.2.1.4 Výkon: 100W, čas depozice: 30 minut



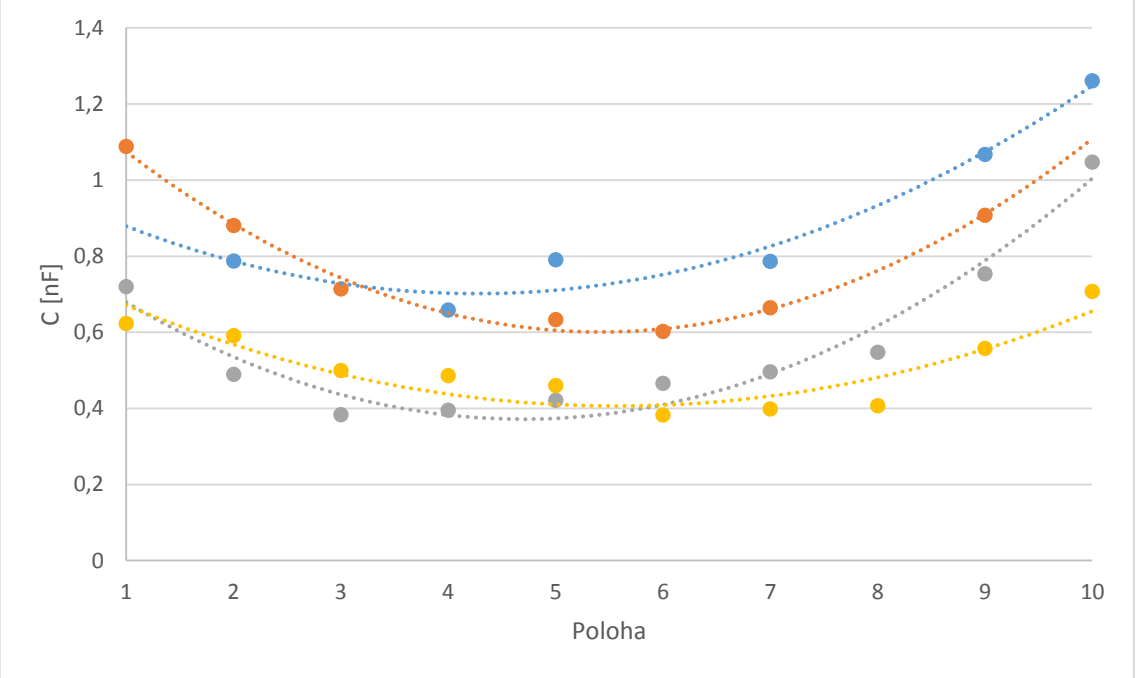
Graf 11 Kapacita: výkon: 100W, čas depozice: 30 minut

7.2.1.5 Výkon: 100W, čas depozice: 60 minut



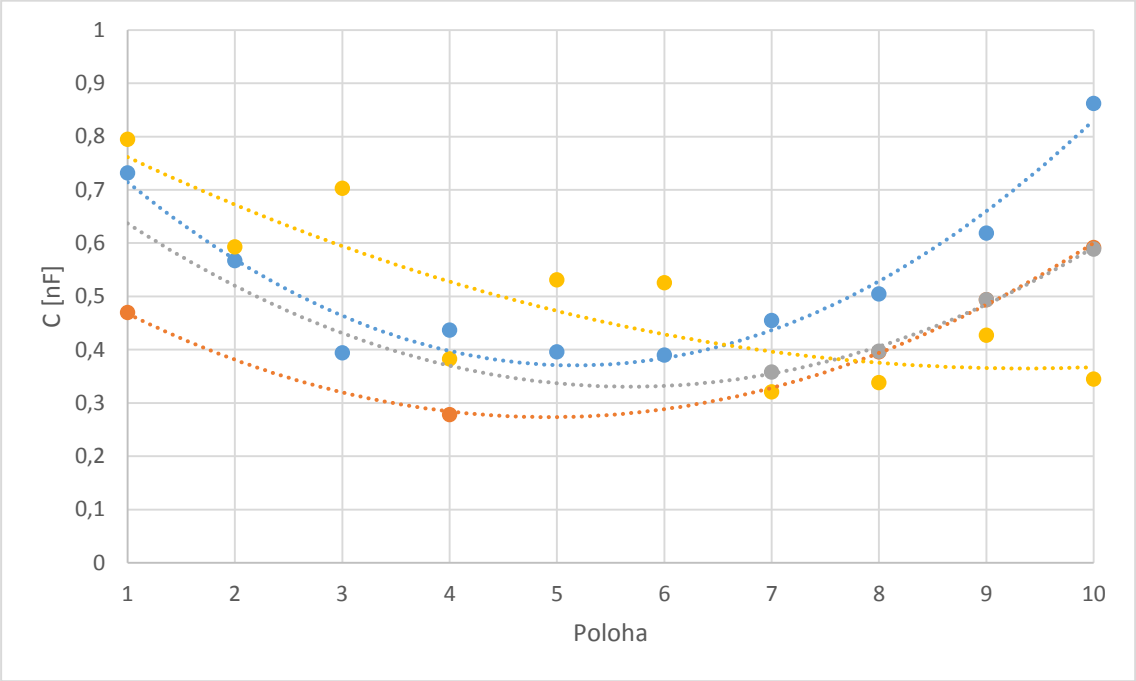
Graf 12 Kapacita: výkon: 100W, čas depozice: 60 minut

7.2.1.6 Výkon: 130W, čas depozice: 30 minut



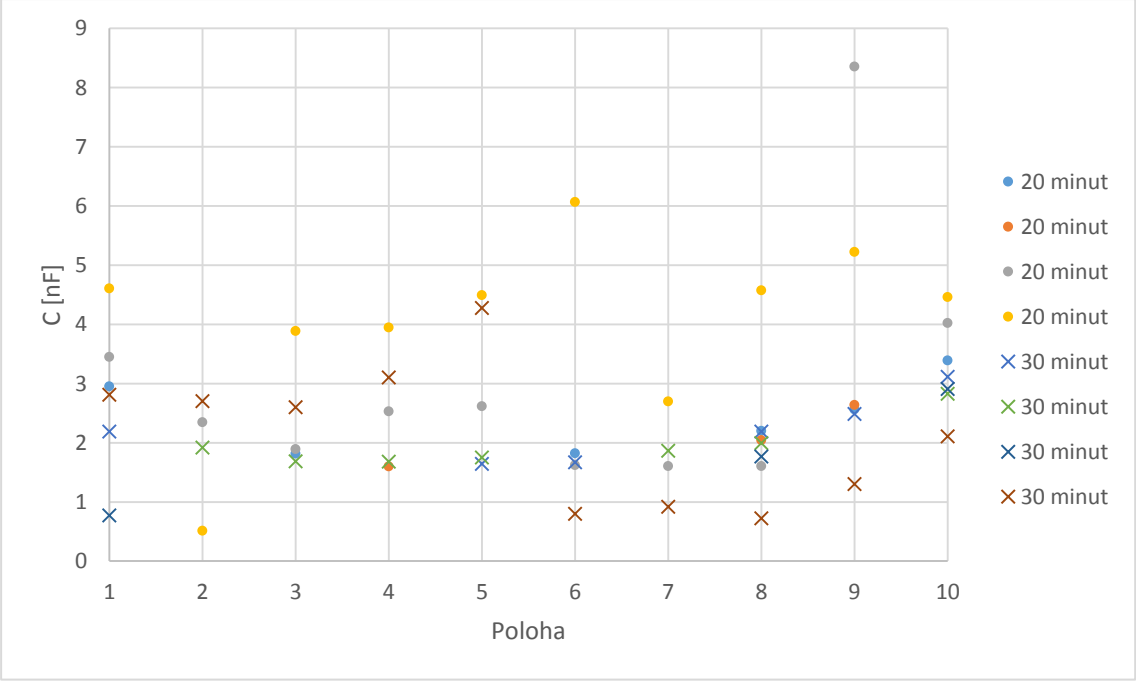
Graf 13 Kapacita: výkon: 130W, čas depozice: 30 minut

7.2.1.7 Výkon: 130W, čas depozice: 45 minut



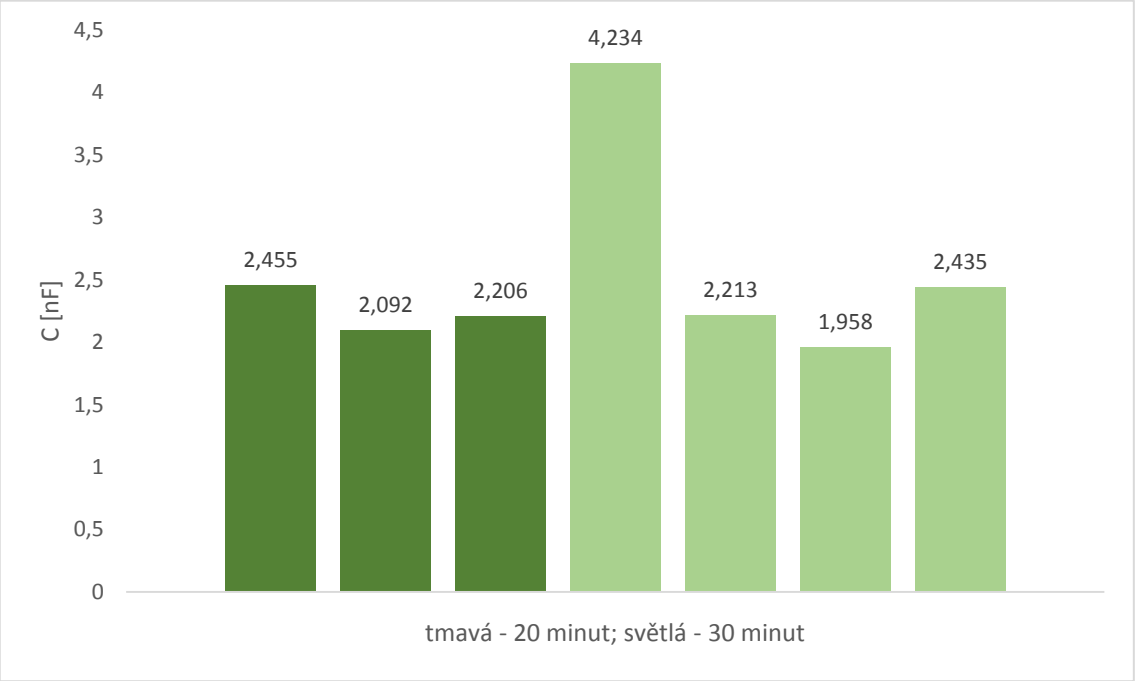
Graf 14 Kapacita: výkon: 130W, čas depozice: 45 minut

7.2.1.8 Porovnání 70W



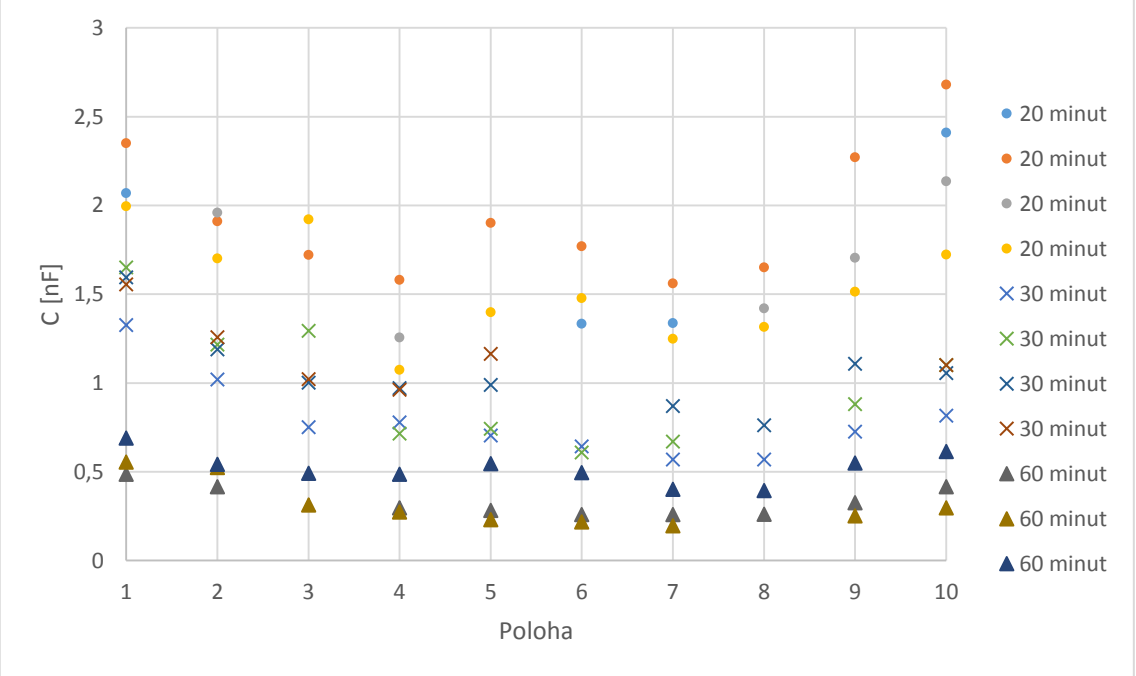
Graf 15 Porovnání kapacit vrstev deponovaných při 70 W

7.2.1.8.1 Průměrné hodnoty



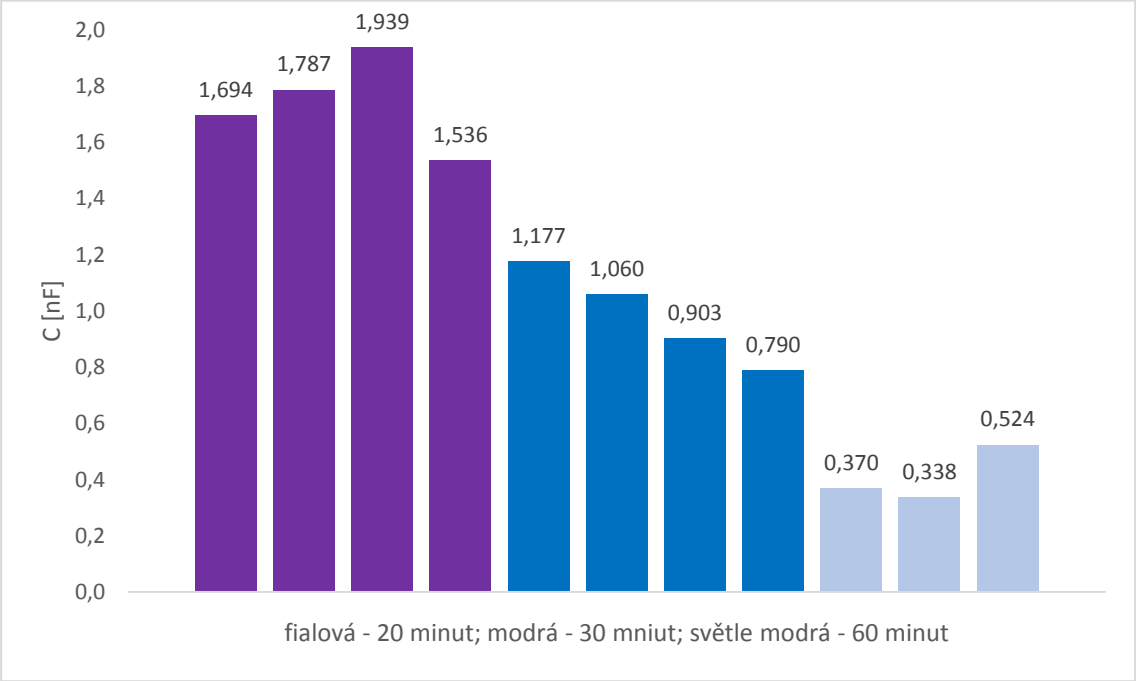
Graf 16 Porovnání průměrných hodnot kapacity vrstev deponovaných při 70 W

7.2.1.9 Porovnání 100W



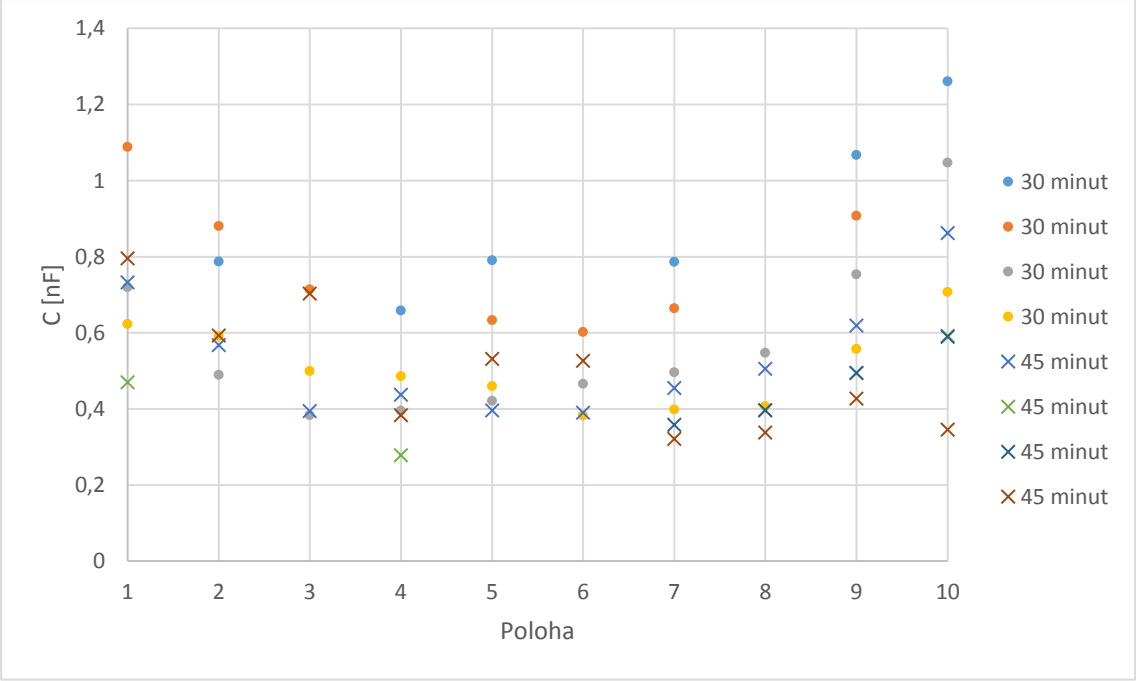
Graf 17 Porovnání kapacit vrstev deponovaných při 100 W

7.2.1.9.1 Průměrné hodnoty



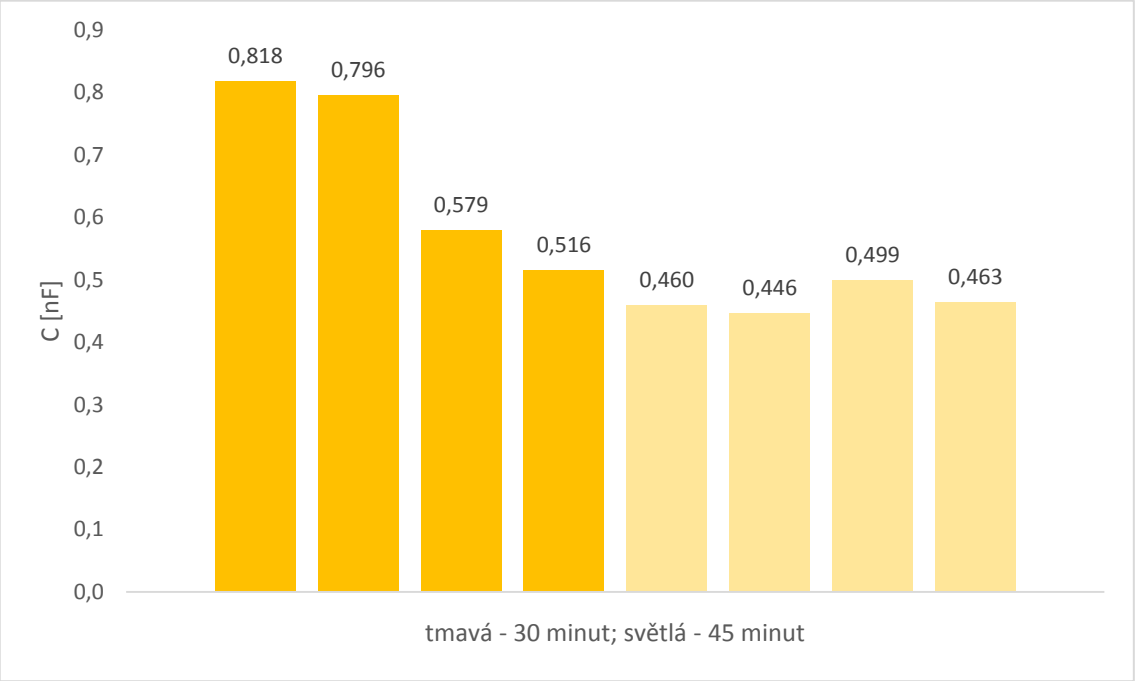
Graf 18 Porovnání průměrných hodnot kapacity vrstev deponovaných při 100 W

7.2.1.10 Porovnání 130W



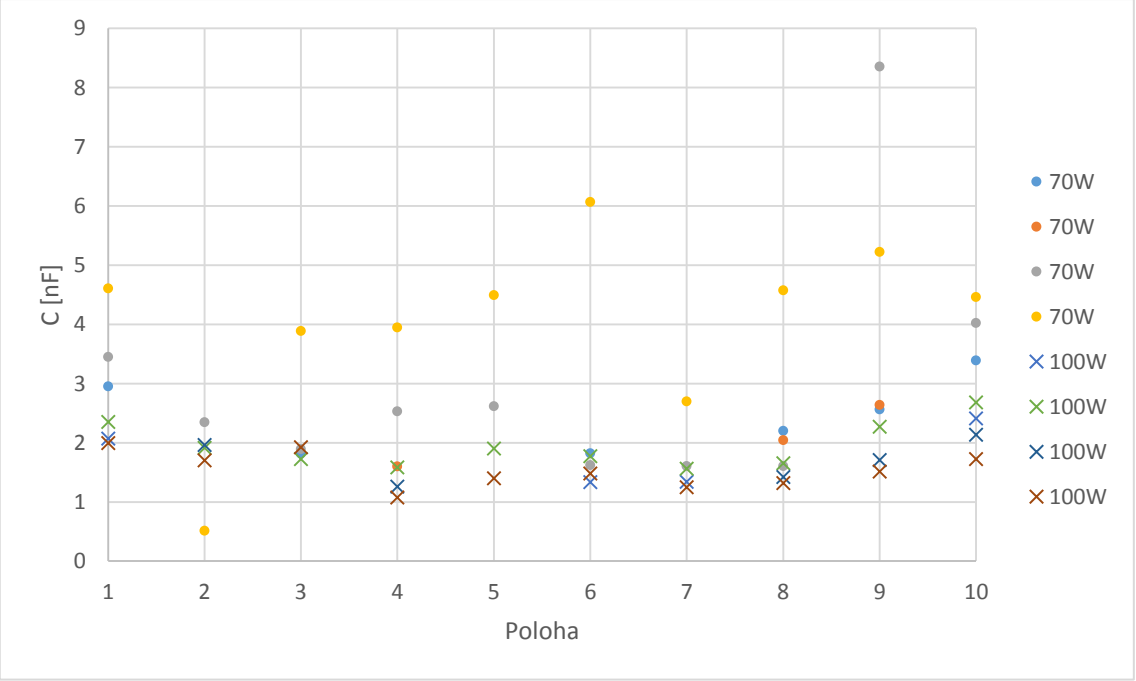
Graf 19 Porovnání kapacit vrstev deponovaných při 130 W

7.2.1.10.1 Průměrné hodnoty



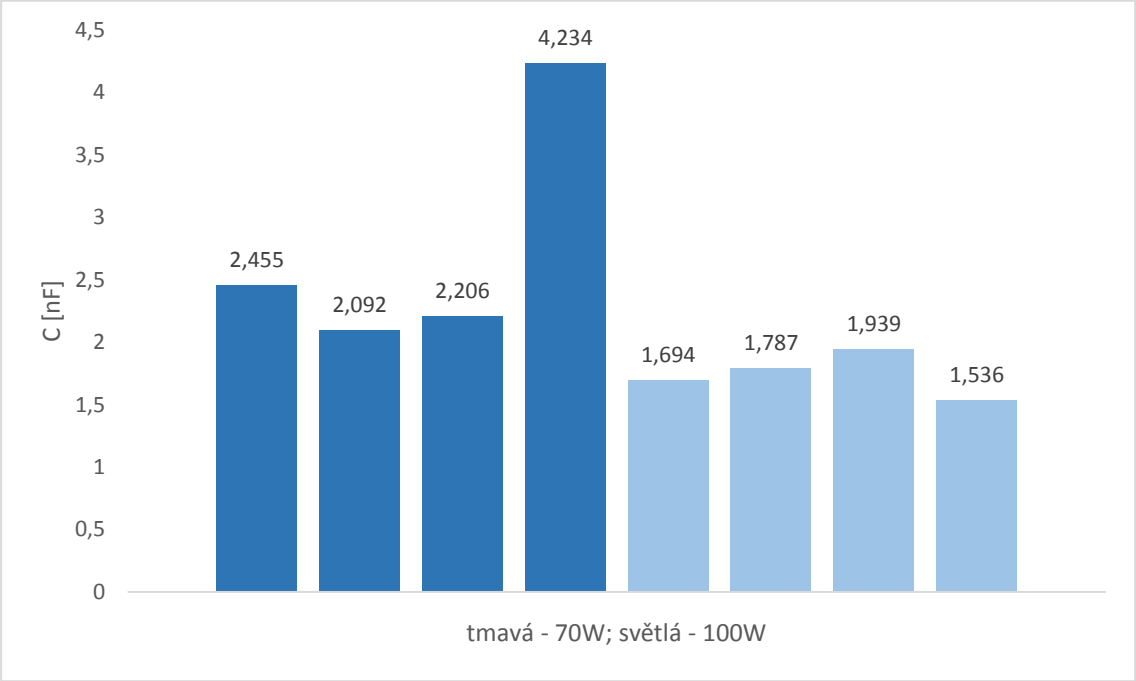
Graf 20 Porovnání průměrných hodnot kapacity vrstev deponovaných při 130 W

7.2.1.11 Porovnání 20 minut



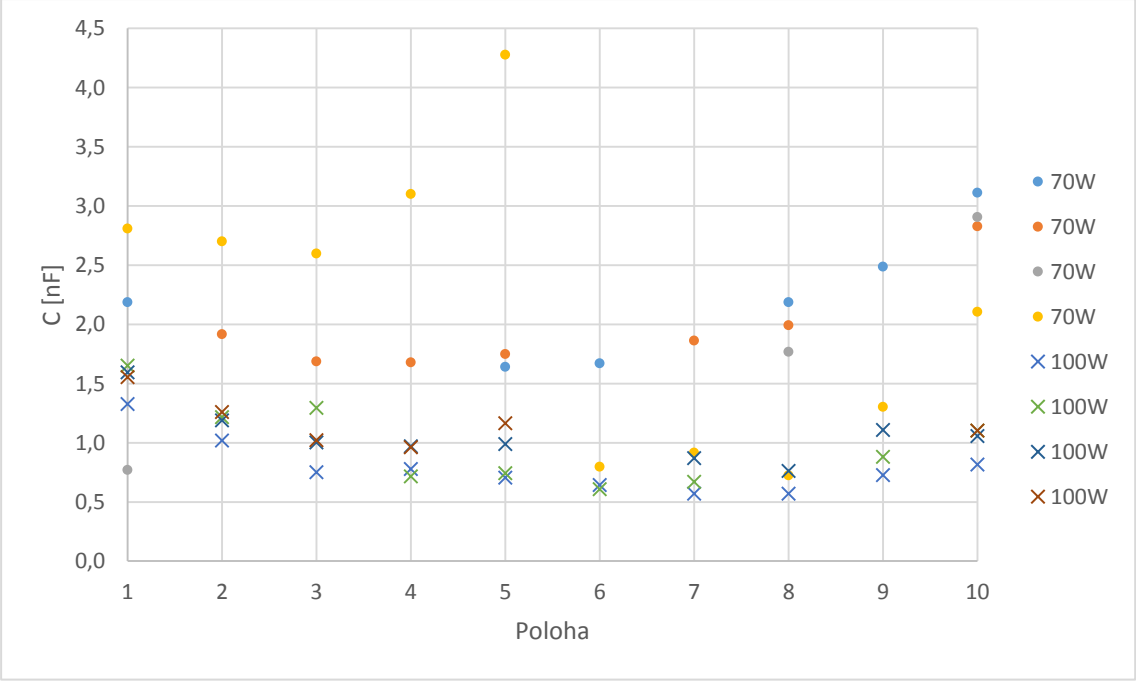
Graf 21 Porovnání kapacit vrstev deponovaných 20 minut

7.2.1.11.1 Průměrné hodnoty



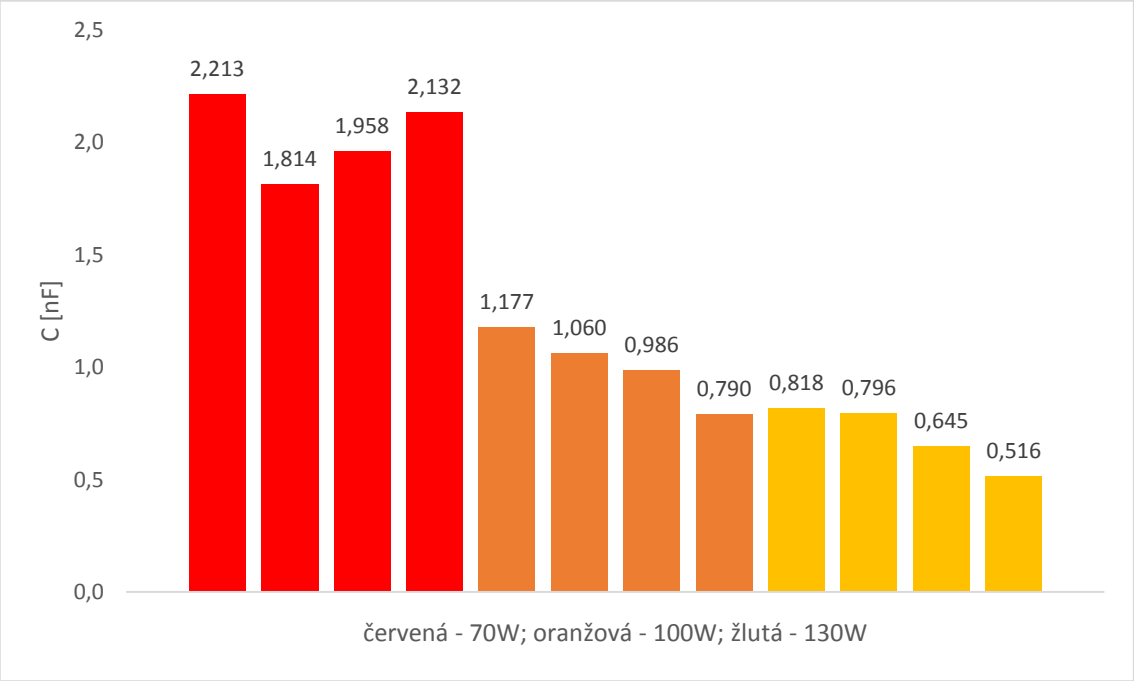
Graf 22 Porovnání průměrných hodnot kapacity vrstev deponovaných 20 minut

7.2.1.12 Porovnání 30 minut



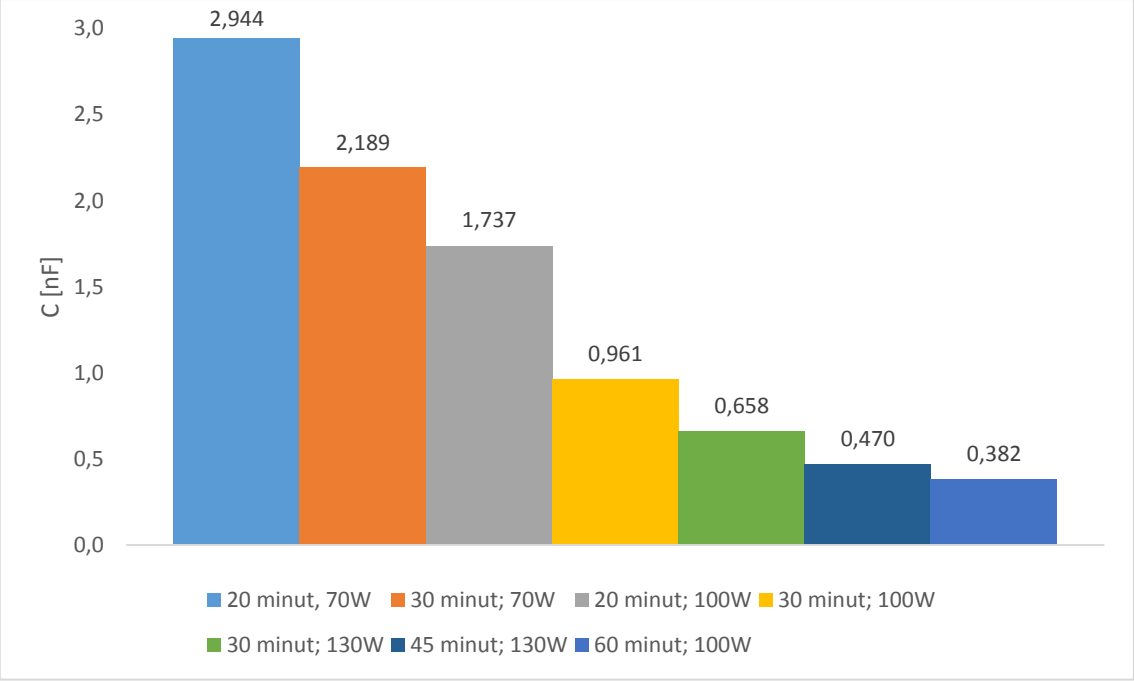
Graf 23 Porovnání kapacit vrstev deponovaných 30 minut

7.2.1.12.1 Průměrné hodnoty



Graf 24 Porovnání průměrných hodnot kapacity vrstev deponovaných 30 minut

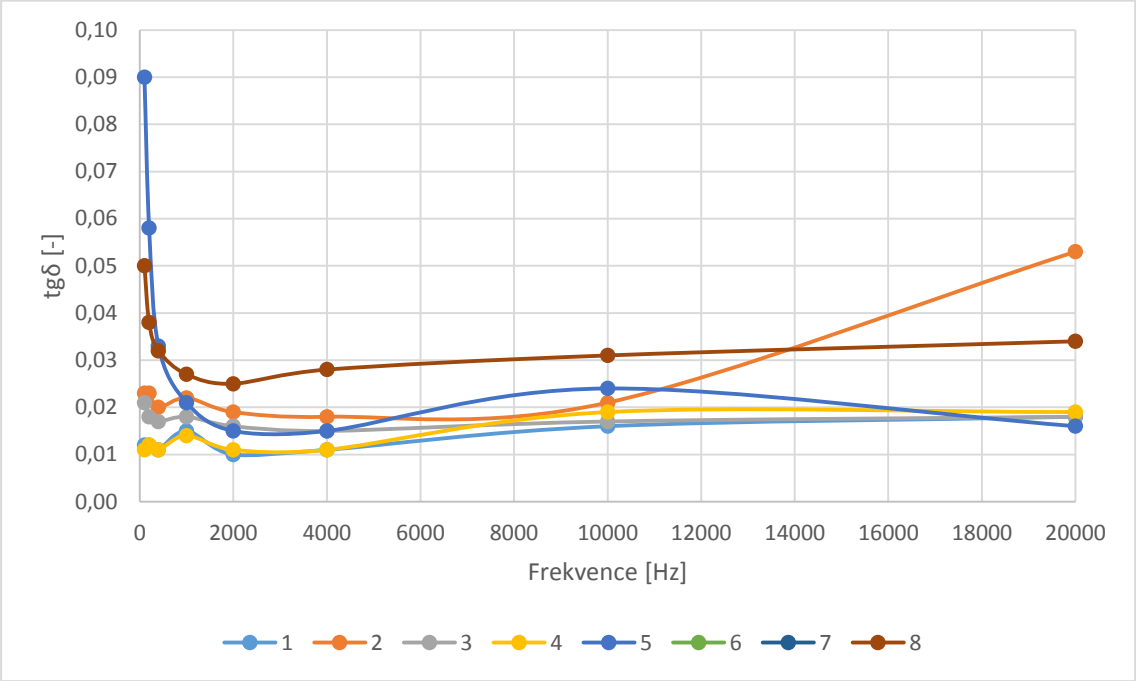
7.2.1.13 Porovnání průměrných kapacit všech vzorků



Graf 25 Porovnání průměrných kapacit všech vzorků

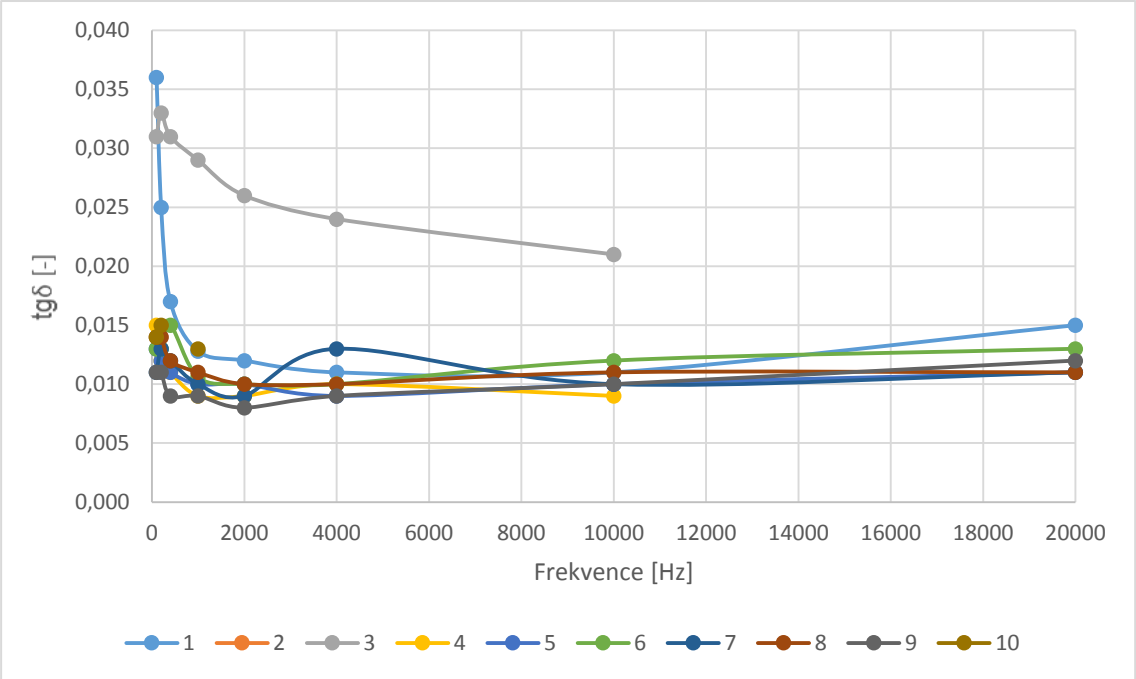
7.2.2 Měření ztrátového činitele

7.2.2.1 Výkon: 70W, čas depozice: 20 minut



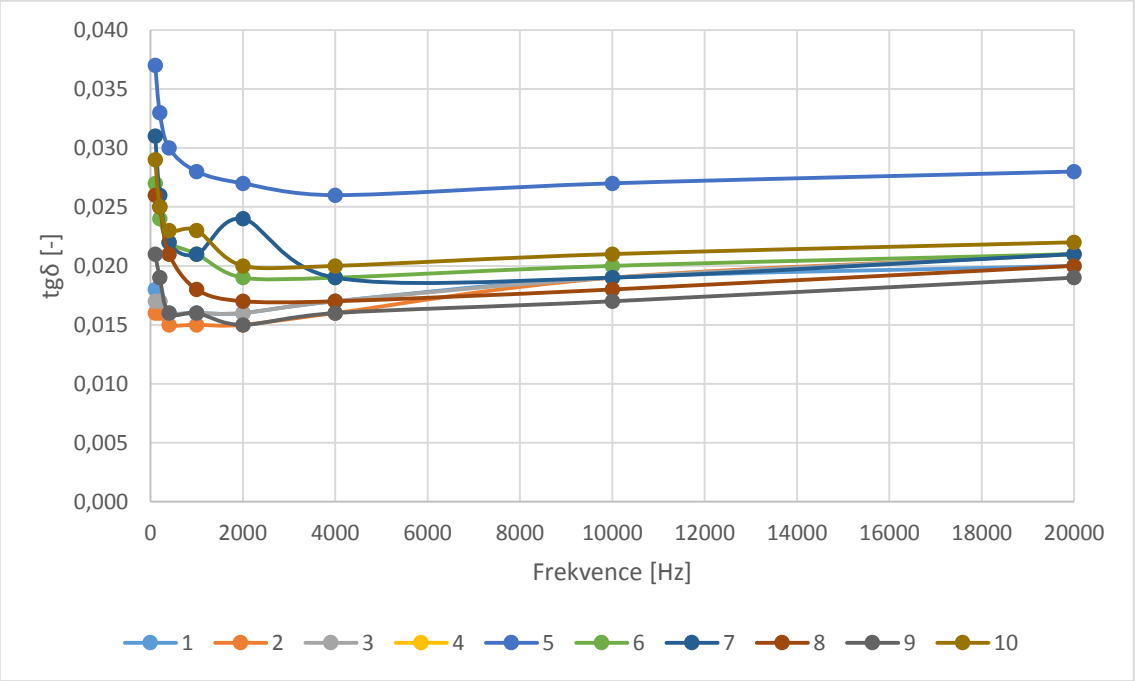
Graf 26 Ztrátový činitel: výkon: 70W; čas depozice: 20 minut

7.2.2.2 Výkon: 70W, čas depozice: 30 minut



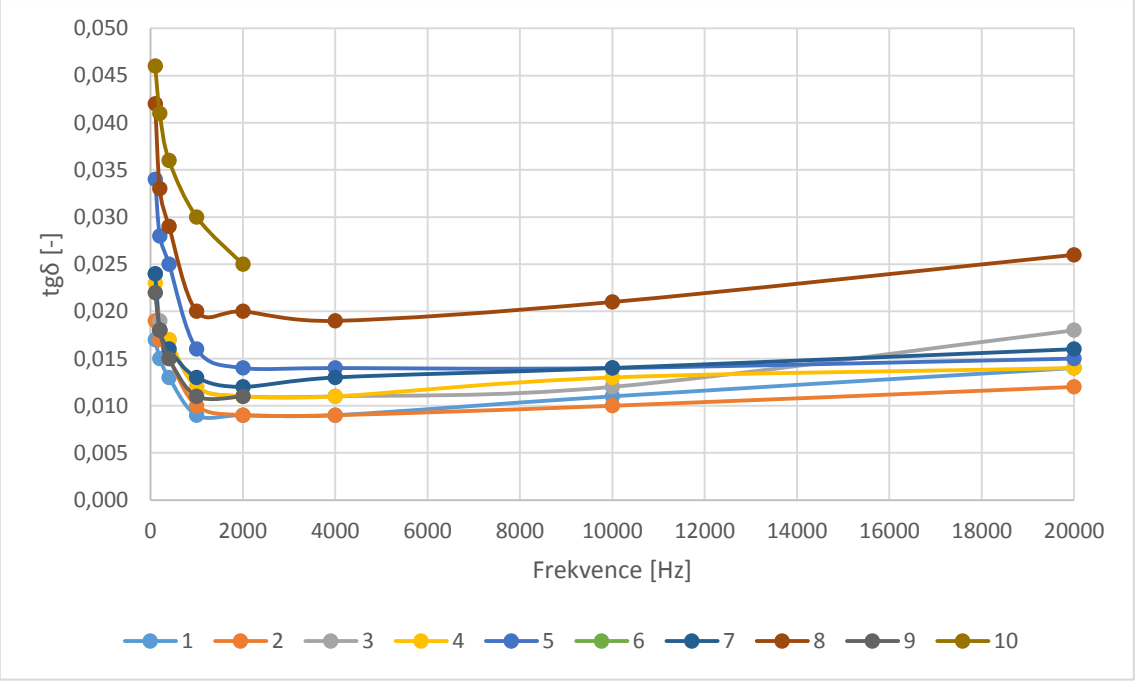
Graf 27 Ztrátový činitel: výkon: 70W; čas depozice: 30 minut

7.2.2.3 Výkon: 100W, čas depozice: 20 minut



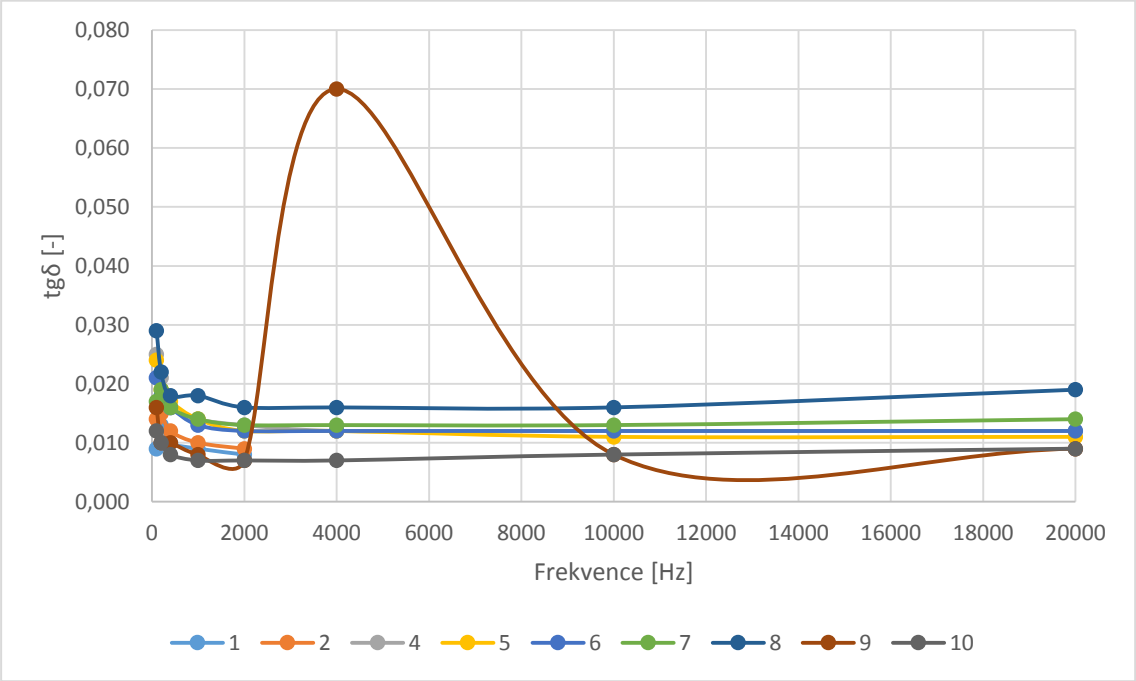
Graf 28 Ztrátový činitel: výkon: 100W; čas depozice: 20 minut

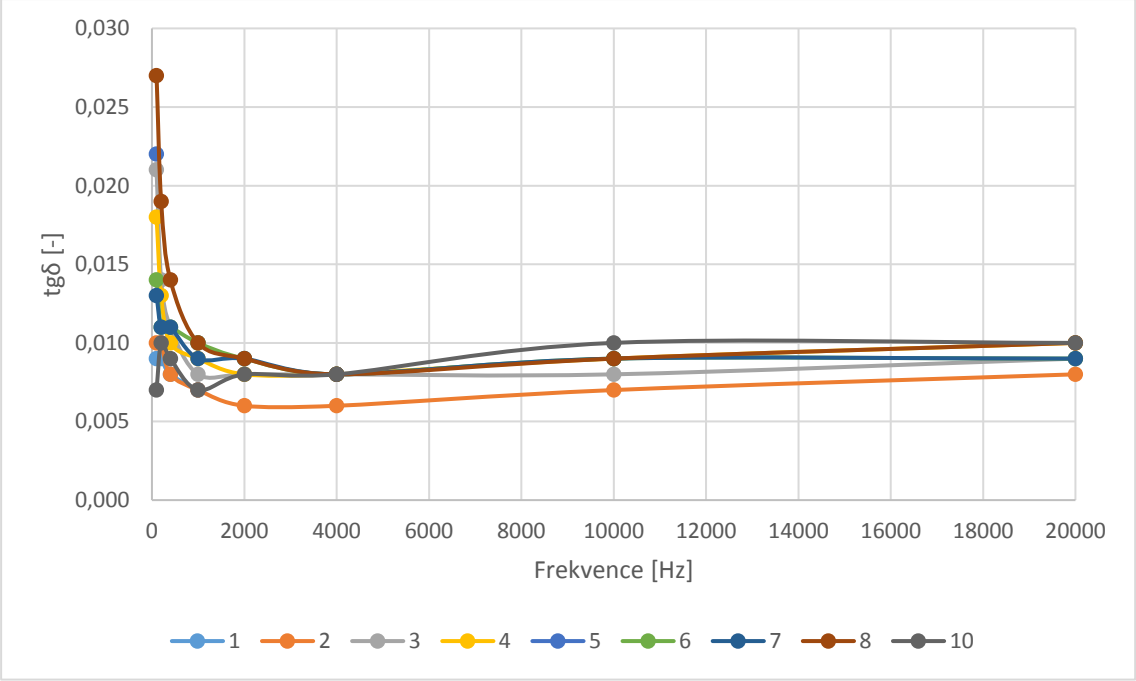
7.2.2.4 Výkon: 100W, čas depozice: 30 minut



Graf 29 Ztrátový činitel: výkon: 100W; čas depozice: 30 minut

7.2.2.5 Výkon: 130W, čas depozice: 30 minut



Graf 30 Ztrátový činitel: výkon: 130W; čas depozice: 30 minut

7.2.2.6 Výkon: 130W, čas depozice: 45 minut