



**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE**

**Fakulta elektrotechnická  
Katedra elektrotechnologie**

**Naprašování a napařování vodivých vrstev**

**Sputtering and Vacuum Evaporation of Thin  
Film Layers**

Bakalářská práce

Studijní program: Elektrotechnika, energetika a management

Studijní obor: Aplikovaná elektrotechnika

Vedoucí práce: Ing. Ivana Beshajová Pelikánová, Ph.D.

**Michal Ott**

**Praha 2018**



## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Ott** Jméno: **Michal** Osobní číslo: **460534**  
Fakulta/ústav: **Fakulta elektrotechnická**  
Zadávající katedra/ústav: **Katedra elektrotechnologie**  
Studijní program: **Elektrotechnika, energetika a management**  
Studijní obor: **Aplikovaná elektrotechnika**

## II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

**Naprašování a napařování vodivých vrstev**

Název bakalářské práce anglicky:

**Sputtering and Vacuum Evaporating of Thin Film Layers**

Pokyny pro vypracování:

1. Diskutujte specifika tenkých vrstev, zejména z pohledu jejich vlastností.
2. Uveďte metody používané pro výrobu tenkých vrstev. Podrobněji se zaměřte na metody naprašování a napařování.
3. připravte tenkovrstvé vodivé struktury metodou naprašování a napařování
4. Změřte parametry připravených struktur a vyhodnoťte je.

Seznam doporučené literatury:

- [1] Eckertová, L.: Fyzika tenkých vrstev, SNTL Praha 1973  
[2] Seshan, K.: Handbook of thin-film deposition processes and techniques : principles, methods, equipment and applications, Norwich 2002  
[3] Ondráček, M.: Tvorba motivů tenkovrstvými metodami, diplomová práce, FEKT Brno 2014,  
<https://dspace.vutbr.cz/xmlui/bitstream/handle/11012/32575/xondra28.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

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

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

Datum zadání bakalářské práce: **14.02.2018** Termín odevzdání bakalářské práce: **25.05.2018**

Platnost zadání bakalářské práce: **30.09.2019**

Ing. Ivana Beshajová Pelikánová, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) práce

\_\_\_\_\_ podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Ing. Pavel Ripka, CSc.  
podpis děkana(ky)

## III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v bakalářské práci.

\_\_\_\_\_ Datum převzetí zadání

\_\_\_\_\_ Podpis studenta



## Prohlášení

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

V Praze, dne 25. 5. 2018

.....

Michal Ott



## **Poděkování**

*Rád bych tímto poděkoval vedoucí své bakalářské práce, paní doktorce Beshajové Pelikánové, za její odborné rady a připomínky k obsahu této práce a její vstřícnost, ochotu a pomoc při provádění praktické části mého úkolu.*

## **Abstrakt**

Tato bakalářská práce sestává ze tří částí, a sice shrnutí teoretických poznatků a podkladů o tenkých vrstvách, jejich vlastnostech a metodách výroby, praktického provedení zadaného úkolu ve formě vytvoření tenkovrstvých struktur a následného změření a vyhodnocení vlastností těchto vrstev. Účelem teoretické části je shrnout základní vědomosti o oboru tenkých vrstev a připravit tak podklady pro část praktickou. Cílem praktické, laboratorní části této práce je připravit struktury tenkých vrstev metodami napařování a napařování, změřit jejich tloušťku a elektrický odpor a posoudit jak vzájemný vztah mezi těmito veličinami, tak faktory ovlivňující vytváření tenkých vrstev.

## **Klíčová slova**

Tenká vrstva, metody depozice tenké vrstvy, vakuové napařování, napařování, magnetronové napařování, tloušťka tenké vrstvy, odpor na čtverec.

## **Abstract**

This bachelor thesis is composed of three parts, namely a summary of theoretical knowledge and background of thin films, their properties and production processes, a practical performance of the task in the form of creating thin-film structures and a subsequent measurement and evaluation of their properties. The purpose of the theoretical part is to sum up basic knowledge about the field of thin films, and in doing so, to prepare the background for the practical part. The goal of the practical, laboratory part of this thesis is to prepare thin-film structures by the means of sputtering and evaporation, to measure their thickness and resistance and to evaluate both their correlation and the factors affecting the creation of thin films.

## **Keywords**

Thin Film, Thin-Film Deposition Processes, Vacuum Evaporation, Sputtering, Magnetron Sputtering, Thin-Film Thickness, Sheet Resistance.



# Obsah

Abstrakt.....	8
Obsah .....	9
1. Úvod .....	11
2. Vymezení základních pojmů .....	12
2.1 Tenká vrstva .....	12
2.2 Substrát .....	12
2.3 Depozice .....	12
3. Specifika a vlastnosti tenkých vrstev .....	13
3.1 Mechanické vlastnosti.....	13
3.1.1 Vnitřní pnutí.....	13
3.1.2 Adheze systému vrstva-substrát.....	14
3.2 Elektrické vlastnosti .....	15
3.2.1 Rozdíly mezi tenkými vrstvami a objemovými materiály .....	15
3.2.2 Vodivost kovových tenkých vrstev .....	16
3.2.3 Pohyb elektronů v izolačních tenkých vrstvách.....	17
3.3 Magnetické vlastnosti .....	17
3.4 Optické vlastnosti.....	18
4. Metody vytváření tenkých vrstev .....	20
4.1 Přehled užívaných metod.....	20
4.2 Napařování .....	21
4.2.1 Princip vakuového napařování .....	21
4.2.2 Metody zahřívání odpařovaného materiálu .....	22
4.2.3 Další vlastnosti a specifika .....	24
4.3 Naprašování .....	25
4.3.1 Katodové naprašování .....	25
4.3.2 Magnetronové naprašování.....	27
4.3.3 Reaktivní naprašování.....	28
4.4 Porovnání metod napařování a naprašování.....	29
5. Popis a vlastnosti vytvořených vzorků .....	31
5.1 Seznam zaznamenávaných a vyhodnocovaných veličin .....	31

5.2 Popis použitých depozičních postupů .....	32
5.2.1 Naprašování .....	32
5.2.2 Napařování.....	33
5.3 Měřené vlastnosti a metody užitá k jejich měření.....	34
5.3.1 Profil a tloušťka vrstvy .....	34
5.3.2 Elektrický odpor vrstvy .....	35
5.4 Vzorčky vytvořené naprašováním.....	35
5.4.1 Parametry depozičního procesu .....	35
5.4.2 Změřené vlastnosti .....	37
5.5 Vzorčky vytvořené napařováním .....	40
5.5.1 Parametry depozičního procesu .....	40
5.5.2 Změřené vlastnosti .....	41
6. Vyhodnocení výsledků měření.....	43
6.1 Předpokládané výsledky.....	43
6.2 Dosažené výsledky .....	43
6.2.1 Tloušťka vrstvy .....	43
6.2.2 Odpor na čtverec .....	45
6.2.3 Profil vrstvy .....	47
6.2.4 Adheze vrstvy k substrátu.....	48
6.3 Možné zdroje chyb a nepřesností .....	49
6.3.1 Proces naprašování.....	50
6.3.2 Proces napařování .....	50
6.3.3 Rovinnost substrátu .....	51
6.4 Závěr.....	54
7. Seznam použité literatury .....	56
8. Seznam obrázků .....	58

# 1. Úvod

Tenkové vrstvy, jejich výzkum a aplikace představují velice pestrý a neustále se rozvíjející vědní obor, jehož počátek však nelze snadno, jednoznačně datovat. Zajímavou historickou perspektivu předkládá autor v [1] - počátky technologie vytváření tenkých vrstev bychom z určitého úhlu pohledu mohli datovat dávno před vznik současných věd, a sice až do starověkého Egypta. Vždyť zlaté plátky o tloušťce pouhých tří desetin mikrometru, které z oněch dob pocházejí, si v ničem nezadají s rozměry tenkých vrstev vytvářených současnými postupy. Problémy s jasným historickým zařazením vzniku vědecké disciplíny o tenkých vrstvách jsou dokládány i v předmluvě [2]. Autor tu na příkladu vakuového vytváření povrchů, tedy velmi důležité skupiny metod vytváření tenkých vrstev, podotýká, že samotná existence základních „stavebních kamenů“ nějaké technologie ani zdaleka neimplikuje její brzké využití ve výrobě. Někdy je k tomu zapotřebí určitého technologického průlomu, jenž umožní skutečně masové využití takové technologie, jindy může ve využití něčeho nápadu bránit konflikt mezi světem vědy a techniky a světem zákonů, práv a patentů.

Cílem této práce je však samozřejmě nahlédnout na problematiku tenkých vrstev z pohledu mnohem aktuálnějšího a předně z pohledu technického. Tenkové vrstvy materiálů dnes zdaleka nejsou vytvářeny jen jako šperky a ozdoby, nýbrž mají i velmi široké a sotva nahraditelné využití v technice, ať už se jedná o elektroniku, optiku, integrované obvody či ochranné vrstvy [3]. Rovněž metody jejich vytváření jsou podstatně sofistikovanější než pouhé mechanické deformace výchozího materiálu. Jedná se bezesporu o téma příliš široké a obsáhlé na to, aby mohlo být ve všech ohledech detailně popsáno v publikaci byť i mnohonásobně delší; tato práce si proto stanovuje za cíl spíše jen letmý vhled, stručný úvod do oboru tenkých vrstev spočívající ve shrnutí základních poznatků teoretických i praktických.

## **2. Vymezení základních pojmů**

### **2.1 Tenká vrstva**

Tenká vrstva je amorfni struktura, monokrystalická či polykrystalická, vytvořená řízeným nanesením materiálu v uzavřeném prostoru [4][5]. Rozměry tenké vrstvy nejsou striktně definovány, obecně se však o tenké vrstvě hovoří, pakliže se jedná o vrstvu materiálu o tloušťce v rozmezí od desítek nanometrů po jednotky mikrometrů [3][6]. V důsledku toho lze tloušťku tenké vrstvy obvykle považovat za zanedbatelnou oproti jejím dvěma zbylým rozměrům. Je vhodné poukázat i na skutečnost, že tloušťka tenkých vrstev je srovnatelná se střední volnou drahou elektronu.

### **2.2 Substrát**

Jako substrát označujeme podložku, na niž je tenká vrstva nanášena. Obvyklými materiály pro výrobu substrátů jsou sklo, křemenné sklo, oxidovaný křemík či korund, v závislosti na povaze a náročnosti aplikace je však možno užit i řady dalších materiálů. Vzhledem k jejím rozměrům jsou vlastnosti tenké vrstvy silně ovlivňovány vlastnostmi podložky - u substrátů je proto zapotřebí pečlivě sledovat a zajišťovat množství faktorů, mezi nimi například kvalitu a čistotu povrchu, teplotní roztažnost či schopnost vrstvy k substrátu dobře přilnout [3].

### **2.3 Depozice**

Depozicí tenké vrstvy označujeme proces, během něž je tenká vrstva nanášena na substrát nebo na jinou, již předtím deponovanou vrstvu [7]. Existuje mnoho způsobů deponování, jejichž přehled a charakteristiky budou uvedeny v následujících kapitolách. Stejně jako v případě substrátu, i samotný průběh depozičního procesu značně ovlivňuje vlastnosti vytvářené tenké vrstvy [6].

### 3. Specifika a vlastnosti tenkých vrstev

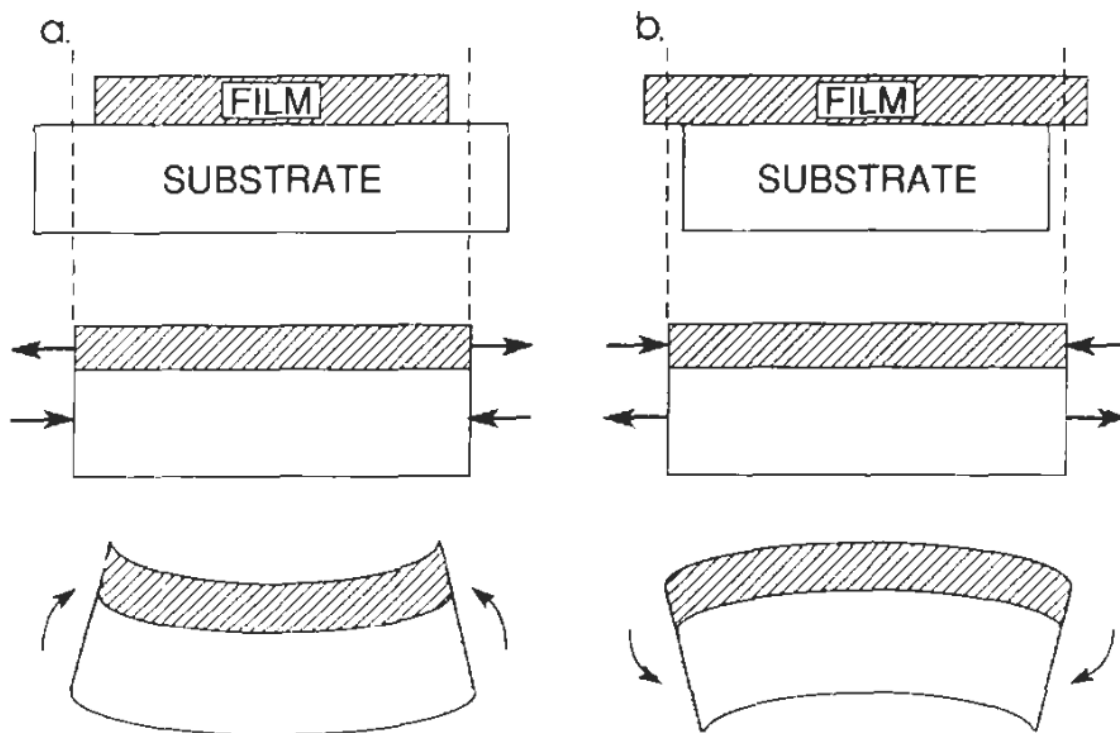
Vlastnosti tenkých vrstev jsou ovlivňovány řadou faktorů. Jako první samozřejmě přichází na mysl jejich tloušťka, dále se však jedná i o materiál, z něž je vrstva tvořena, materiál a vlastnosti substrátu, způsob depozice, rozdíl teplotních koeficientů vrstvy a substrátu, technologická specifika zařízení použitého k vytvoření vrstvy a v neposlední řadě kvalitu (čistotu) materiálu vrstvy [3]. Jelikož rozměry tenkých vrstev jsou relativně blízké velikosti atomů a molekul materiálu, z něž jsou tvořeny (oproti běžně se vyskytujícím objemům materiálů), neplatí pro ně tytéž fyzikální vlastnosti a konstanty jako v „makrosvětě“ [4]. To jim na jednu stranu dává specifické vlastnosti, které jsou s výhodou využívány v bezpočtu aplikací, na druhou stranu je tudíž nezbytné k nim přistupovat odlišně od makroskopických těles.

#### 3.1 Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti tenkých vrstev jsou v mnohém odlišné od vlastností makroskopických objemů materiálu, což souvisí jednak s jejich nano-strukturou, jednak s jejich propojením se substrátem [8]. Substrát a na něj deponovaná vrstva totiž spoluvytvářejí systém pevně svázaných částí, jež se svými vlastnostmi navzájem ovlivňují [6].

##### 3.1.1 Vnitřní pnutí

Všechny druhy homogenních materiálů, deponované tenké vrstvy nevyjímaje, podléhají za určitých okolností takzvanému vnitřnímu či zbytkovému pnutí (napětí). K jeho vzniku je zapotřebí nerovnoměrné plastické deformace, k níž často dochází během mechanického či tepelného zpracování materiálu [1]. Typickým příkladem je depozice vrstvy pomocí napařování či napařování, při nichž se substrát i s nanosenou vrstvou poměrně značně zahřívají. Pakliže jsou jejich koeficienty teplotní roztažnosti navzájem příliš odlišné, dochází po vychladnutí k tomu, že se substrát i vrstva smrští v nestejném poměru, čímž do systému vniká vnitřní pnutí, jež se jej snaží ohnout [3]. Jinou z mnoha možných příčin vzniku zbytkového pnutí je rozdílnost krystalických mřížek vrstvy a substrátu, kterážto situace je znázorněna na obrázku 1 níže. Mřížkové konstanty (vzdálenosti dvou sousedních atomů krystalové mřížky) vrstvy a substrátu bývají odlišné, avšak na rozhraní mezi vrstvou a podložkou musejí mít obě stejné rozměry, aby k sobě dokázaly přilnout. Obrázek 1a ilustruje situaci, kdy má materiál deponované vrstvy menší mřížkovou konstantu než materiál substrátu - vrstva se tedy o něco protáhne a substrát se naopak smrští. Vzniká tak tlaková síla působící na vrstvu a zároveň tahová síla působící na substrát, čímž na obou koncích systému dochází ke vzniku momentu sil. Ty se v konečném důsledku snaží celý systém ohnout uvedeným způsobem. Obrázek 1b ukazuje analogickou situaci, kdy je mřížková konstanta vrstvy



Obr. 1: Příklad vzniku vnitřního pnutí v průběhu depozice tenké vrstvy

naopak větší než u substrátu, tudíž se vrstva smrští a substrát naopak protáhne. Vzniklé momenty na koncích destičky se opět snaží celý systém ohnout, tentokrát opačným směrem než v předešlém případě [1][9]. Je nasnadě dodat, že zbytkové pnutí je v oboru tenkých vrstev jevem velice nežádoucím, neboť může vést k přetržení vrstvy či jejímu lokálnímu odtržení od substrátu. Proto je třeba vzniku vnitřního pnutí buď předcházet, nebo jej po deponování vrstvy odstranit. Toho lze docílit například za pomoci dlouhodobého působení pozvolně se měnící zvýšené teploty - tepelné deformace a pohyby částic materiálu mohou přispět ke snížení vnitřního pnutí [1].

### 3.1.2 Adheze systému vrstva-substrát

Vzájemná adheze neboli přilnavost substrátu a na něj deponované vrstvy je klíčovou vlastností pro funkci systému. Je zprostředkována valenčními silami, které oba povrchy drží pohromadě [1]. Nabízí se tedy, že stěžejní roli bude pro schopnost adheze hrát kvalita povrchu podložky. Základem je definovaný povrch a tvar substrátu a samozřejmě i jeho dostatečná čistota. Substrát proto podléhá předdepozicičním přípravám, během nichž je upravován jeho tvar, čistota či chemické složení povrchu tak, aby byla umožněna co nejlepší adheze s deponovanou vrstvou [6]. Důležité je opět dbát i na to, aby si byly koeficienty teplotní roztažnosti substrátu a deponované vrstvy dostatečně blízké [3]. V opačném případě může v důsledku zahřátí systému dojít k jeho deformaci, která vyvolá obdobný efekt jako v případě zbytkového pnutí - tedy i možnou místní ztrátu adheze a odtržení vrstvy od substrátu.

## 3.2 Elektrické vlastnosti

Co se týče „práce“ s elektrickým polem, lze tenké vrstvy rozdělit do několika kategorií - vrstvy dielektrické, odporové, polovodivé, vodivé a supravodivé. Tyto typy vrstev se samozřejmě liší jak možnostmi aplikace, tak i materiálem, z něž jsou připraveny [3]. Jakým způsobem bude vrstva schopna v elektrickém poli pracovat, pak závisí na její tloušťce, čistotě, rozměrech krystalické mřížky, drsnosti povrchu i možných nedokonalostech [8].

### 3.2.1 Rozdíly mezi tenkými vrstvami a objemovými materiály

Mnohé znalosti elektrického chování materiálů o makroskopických objemech je možno aplikovat i na tenké vrstvy, existuje však několik ohledů, v nichž se tyto dva světy rozcházejí. Jedná se kupříkladu o následující [1]:

- **Jevy vznikající v důsledku tloušťky tenké vrstvy** - spadá sem například kvantově-mechanický tunelový jev či povrchový rozptyl elektronů (popsáno v části 3.2.2).
- **Způsob vytvoření vrstvy** - stejně jako v případě jiných vlastností, i zde hraje významnou roli, jakým způsobem a za jakých podmínek byla vrstva deponována. Největší dopad má na vrstvy izolační.
- **Spojitosť vrstvy** - schopnost vrstvy vést elektrický proud závisí i na tom, jak moc je tato spojitá či nespojitá (tvořená oddělenými ostrůvky).
- **Efekty elektrod** - v některých aplikacích je na substrát nanášena nejprve jedna a poté druhá vrstva, přičemž substrát a druhá vrstva fungují jako elektrody, mezi nimiž je první vrstva sevřena (typickým příkladem je třeba struktura MOS užívaná pro tranzistory). Na rozdíl od jejich makroskopických protějšků však tyto „elektrody“ nelze považovat za samostatné objekty oddělené od sevřené izolační vrstvy. To s sebou nese specifika, s nimiž je třeba se vypořádat (adheze, pnutí, nečistoty, vzájemná difúze atp.).
- **Vysoká chemická reaktivita** - vzhledem ke svým rozměrům jsou tenké vrstvy náchylné k narušení svých elektrických schopností v důsledku koroze, oxidace, sulfidace či absorpce vodních par.

Prakticky ve všech případech vykazují kovové vrstvy větší rezistivitu a izolační vrstvy vyšší měrnou vodivost než jejich protějšky v makrosvětě, přičemž tento rozdíl je především patrný právě u izolačních vrstev [1].

### 3.2.2 Vodivost kovových tenkých vrstev

Vodivost, respektive rezistivita, kovových objemových materiálů může být popsána pomocí závislosti známé jako Matthiessenovo pravidlo. Tohoto pravidla lze však užít i při popisu vodivosti či rezistivity tenkých kovových vrstev. Jedním z jeho možných vyjádření je následující vztah:

$$\rho_T = \rho_{th} + \rho_I + \rho_D \quad (1)$$

Tato podoba Matthiessenova pravidla říká, že celková rezistivita kovové tenké vrstvy  $\rho_T$  je vypočtena prostým součtem tepelné rezistivity  $\rho_{th}$ , rezistivity vzniklé v důsledku nečistot ve vytvořené vrstvě  $\rho_I$  a rezistivity vyvolané strukturními poruchami materiálu  $\rho_D$  [1]. Tepelná rezistivita vzniká jako následek srážek elektronů pohybujících se materiálem s fonony, neboli kvazičásticemi vyjadřujícími kmitání a vibrace krystalové mřížky kovu [10]. S rostoucí teplotou kovu se kmitání mřížky zesiluje, což vede k nárůstu tepelné rezistivity, která tak získává dominantní vliv na celkovou rezistivitu vrstvy. Rezistivity nečistot a strukturních poruch jsou teplotně nezávislé a principiálně vznikají ze stejného důvodu, bývají proto mnohdy uváděny pod jednou společnou hodnotou [10]. Příčinou jejich vzniku je rozptyl elektronů na nečistotách materiálu nebo na poruchách krystalové mřížky jako jsou vakance (chybějící částice v mřížce) či hranice zrn krystalu [1].

Jedním ze specifíků vodivosti v tenkých kovových vrstvách je tzv. povrchový rozptyl elektronů. Dochází k němu ve chvíli, kdy je elektron na cestě po své střední volné dráze „přerušen“ kolizí s rozhraním mezi povrchem tenké vrstvy a vnějším okolím (případně další vrstvou, jež je na ni nanášena) [1]. Ačkoli se nabízí podotknout, že ke stejnému efektu může docházet i u objemových materiálů, klíčovou roli zde sehrává tloušťka tenkých vrstev, jež je srovnatelná se střední volnou dráhou elektronu v kovu. Povrchový rozptyl tudíž nabývá u tenkých vrstev mnohem většího významu. Dojde-li ke zmíněné kolizi elektronu s povrchem vrstvy, mohou nastat dva druhy rozptylu, a sice elastický (zrcadlový) nebo neelastický (nezrcadlový). Elastický rozptyl lze přirovnat k odrazu světelného paprsku v zrcadle - elektron se od povrchu elasticky odrazí pod stejným úhlem, pod jakým na něj dopadl, a pokračuje v pohybu dále, jako by jeho střední volná dráha nebyla vůbec narušena. Tento druh rozptylu nijak nezvyšuje rezistivitu tenké vrstvy oproti objemovému kovu. Při neelastickém rozptylu ovšem dochází k tomu, že dopad elektronu na povrch vrstvy přerušuje jeho střední volnou dráhu a elektron se následně odrazí do náhodného směru, zcela nezávislého na úhlu dopadu. Kvůli tomu dochází k nárůstu měrného odporu, neboť ubude jeden elektron, jenž původně zprostředkoval tok elektrického proudu vrstvou [1].



### 3.2.3 Pohyb elektronů v izolačních tenkých vrstvách

Izolační vrstvy jsou další z mnoha významných aplikací tenkých vrstev - je jich užíváno jak při potřebě vzájemně izolovat elektricky vodivé struktury, tak jako dielektrik [1]. Při použití pásové teorie látek lze izolanty charakterizovat jako takové látky, jejichž šířka zakázaného pásu je dostatečně velká na to, aby při běžných pracovních teplotách téměř nedocházelo k přechodu nosičů náboje z valenčního do vodivostního pásu. Takovýto popis však není ve vztahu k tenkým izolačním vrstvám aplikovatelný, neboť tyto jsou povětšinou vytvářeny z amorfních látek. Na rozdíl od materiálů s krystalickou mřížkou, u amorfních látek nejsou energetické pásy „ostře“ rozdělené na valenční, zakázaný a vodivostní, nýbrž se do určité míry prolínají v podobě výstupků z vršku valenčního a zespod vodivostního pásu [1]. Tyto výstupky nejenže zasahují do zakázaného pásu, ale mohou se rovněž překrývat a vytvořit tak přímý kanál, skrz nějž se elektrony snadno dostanou do vodivostního pásu. Ve výsledku tak zamýšlené izolační vrstvy získávají některé vlastnosti vrstev polovodivých [1].

Typickým příkladem použití izolačních vrstev je již dříve zmíněná tranzistorová struktura MOS, neboli polovodivá podložka, na niž je nanášena izolační vrstva oxidu s následně navrch deponovanou vrstvou kovu tvořící řídicí elektrodu. V takovémto systému existuje řada způsobů, jakými mohou elektrony pronikat přes izolaci [1]. Jedná se kupříkladu o tunelový jev, jehož podstata spočívá v nenulové pravděpodobnosti, že částice (zde elektron) pronikne skrze potenciálovou bariéru a ocitne se za ní, ačkoli by to dle zákonů klasické fyziky nemělo být možné [11]. Kvůli malé tloušťce vrstev se tak může snadno stát, že se elektron z jedné z vodivých částí protuneluje do vodivostního pásu izolantu [1]. Mezi další mechanismy, jejichž vysvětlení přesahuje možnosti této práce, spadají například Schottkyho efekt, iontová vodivost, Pooleův-Frenkelův efekt nebo tzv. SCL (Space-Charge-Limited) vodivost [1].

### 3.3 Magnetické vlastnosti

Magnetické tenké vrstvy nacházejí své uplatnění například ve výpočetní technice, kde jsou využívány k výrobě paměťových čipů a obecně paměťových zařízení, jejichž vlastnosti je mohou v některých aplikacích činit výhodnějšími než klasické pevné disky či flash paměti. Základem jsou v tomto případě feromagnetické vlastnosti takovýchto tenkých vrstev. Magnetické vlastnosti materiálů obecně vycházejí z jevů kvantové mechaniky [1]. Pro tento účel si lze elektron představit jako nabitou částici obíhající kolem atomového jádra - jeho moment hybnosti je dán jak samotným obíháním okolo jádra, tak především jeho spinem. Takto obíhající elektron pak vytváří pomyslnou elementární proudovou smyčku, která zase vyvolává magnetický dipólový moment. Tyto dipólové momenty pak mohou, v závislosti na spinu, obrazně směřovat jen do jednoho ze dvou vzájemně obrácených směrů [12]. Pakliže se v nějakém

materiálu vektory sousedních dipólových momentů přirozeně srovnají paralelně (a tedy i souhlasně orientují), vzniknou tak malé oblasti látky se shodnou orientací dipólů, tzv. magnetické domény. Mluví se pak o feromagnetickém materiálu [1].

Výše uvedený popis se týká principu vzniku magnetických vlastností látek obecně, bez ohledu na jejich objem. Je ovšem nasnadě, že i magnetické vlastnosti tenkých vrstev budou vzhledem k jejich rozměrům v některých ohledech odlišné od objemových materiálů, jako tomu bylo u vlastností popisovaných dříve. V rovnoměrně zmagetovaném feromagnetiku jsou magnetické domény natočeny shodně se směrem vnějšího pole, které tento efekt vyvolalo, a jednotlivé sousedící magnetické dipóly, resp. elektrony, na sebe působí vzájemnými vazbami [1][12]. Lze snadno nahlédnout, že elektrony na povrchu feromagnetika jsou ovlivňovány menším počtem vazeb, neboť „z jedné strany“ již nemají další sousedy. Tento efekt pak snižuje nasycenou hodnotu magnetizace dosažitelnou u povrchu oproti vnitřku objemu [1]. Zatímco u těles o velkých objemech lze tuto skutečnost zanedbat, v tenkých vrstvách je poměr počtu elektronů na povrchu k jejich celkovému počtu mnohem větší, a tudíž je třeba s tímto jevem počítat. Nemluvě o dalších jevech, jež obecně ovlivňují vlastnosti vrstev, nejen těch magnetických - nečistoty, nerovnoměrnost povrchu či vady a deformace krystalové mřížky [1].

Významnou roli pro magnetické vlastnosti tenké vrstvy sehrává magnetická anizotropie, tedy snaha vektoru magnetizace upřednostnit jeden konkrétní směr z více možných. Samotný tvar tenké vrstvy je jedním z faktorů ovlivňujících vznik anizotropie. Vektor magnetizace tak mívá tendenci ležet podél vrstvy, jsou však i případy, kdy leží naopak kolmo k rovině vrstvy. Podrobnější vysvětlení jevu magnetické anizotropie je složité a tak, jako mnoho dalších vlastností, pramení ze vzájemného působení částic materiálu. Obecně lze říci, že na anizotropii má vliv řada okolností, mezi nimi třeba použitý způsob depozice vrstvy, případné magnetické pole působící na vrstvu během depozice a dokonce i úhel dopadu deponovaných částic na substrát [1].

### **3.4 Optické vlastnosti**

Podstata všech optických vlastností libovolného materiálu tkví ve způsobu, jakým vnější elektromagnetické záření interaguje s elektrony dané látky, a nejinak je tomu i u tenkých vrstev. Výsledek této interakce vždy závisí jak na materiálu, tak i na parametrech samotného záření, a pro její popis je používán index lomu. Index lomu je obecně komplexní a závisí na vlnové délce dopadajícího elektromagnetického záření, respektive na jeho frekvenci. Zjednodušeně vyjádřeno, reálná část indexu lomu popisuje rychlost šíření záření v látce, imaginární část se nazývá indexem absorpce a udává, jak moc je záření látkou absorbováno [1].

Jednou z četných optických aplikací tenkých vrstev jsou vrstvy odrazivé, vyráběné zpravidla z kovů jako je hliník, stříbro, měď, zlato či platina a mající plnit funkci zrcadla (využívány jsou například v laserech). Takovéto kovové vrstvy mívají reálný index lomu o něco menší a index absorpce naopak větší, než jakých hodnot je dosahováno u větších objemů - záření se v nich tedy pohybuje vyšší rychlostí, ovšem v důsledku vyšší absorpce dochází k jeho rychlejšímu útlumu. Odrazivé kovové vrstvy jsou vyráběny převážně napařováním nebo naprašováním a zmíněná odlišnost indexu lomu od objemových těles úzce souvisí právě s podmínkami, za jakých byla vrstva deponována. Například hliníkové vrstvy jsou náchylné k vytváření oxidů či nitridů, jejichž přítomnost na povrchu vrstvy zvyšuje její index absorpce. Lepších vlastností v podobě čistší vrstvy a vyšší odrazivosti pak lze dosáhnout snížením tlaku plynu v recipientu a zrychlením depozičního procesu, díky čemuž se vrstva nestačí tak znečistit. Vrstvy z hliníku a dalších kovů, jmenovitě zlata či stříbra, jsou citlivé také na teplotu substrátu během depozice, neboť vyšší teplota u nich vede k hrubšímu povrchu, což je kvůli rozptylu dopadajícího záření jev velmi nežádoucí. Naproti tomu například rhodium vykazuje lepší optické vlastnosti, je-li deponováno při vyšších teplotách, a společně s platinou jsou i relativně nezávislé na tlaku plynu či rychlosti depozice [1].

Jinou z kategorií využití optických vrstev jsou vrstvy dielektrické - v polárních dielektrikách je využíváno toho, že je procházející elektromagnetická vlna ovlivňována trvalými elektrickými dipóly materiálu, u dielektrik nepolárních naopak vnikající záření svým působením vytváří indukované elektrické dipóly [1]. U polovodivých vrstev je pro změnu využíváno jejich různé reakce na různé vlnové délky záření. V závislosti na šířce jejich zakázaného pásu existuje pro polovodiče určitá kritická vlnová délka. Má-li dopadající záření vlnovou délku větší než kritickou, chová se polovodivá vrstva v podstatě jako průhledná. Naopak při vlnových délkách menších než kritická vykazuje chování velice podobné kovovým vrstvám, a to především vysokou odrazivostí [1]. V neposlední řadě existují i takzvané průhledné vodivé vrstvy, jež představují výhodný kompromis mezi schopností vést elektrický proud a schopností optické průhlednosti, ačkoli tato dvě chování jsou za normálních okolností neslučitelná [1].

Kromě výše zmíněných patří mezi další využití optických tenkých vrstev třeba antireflexní povlaky pro solární panely, dielektrická zrcadla, selektivně-absorpční vrstvy, optické filtry, interferometry či optické povlaky pro čočky fotoaparátů, kamer, teleskopů nebo mikroskopů [1].

## 4. Metody vytváření tenkých vrstev

### 4.1 Přehled užívaných metod

Existuje pestrá škála metod užívaných pro vytváření tenkých vrstev. Používané depoziční postupy lze v zásadě rozdělit do tří skupin - metody fyzikální, metody chemické a metody kombinující fyzikální a chemické principy [13]. Nutno dodat, že se nejedná o jediný způsob klasifikace. Na následujících řádcích je uveden výčet různých (nikoli však všech) metod užívaných k výrobě tenkých vrstev [13][14].

- **PVD (Physical Vapor Deposition) - fyzikální metody:**
  - *Vakuové napařování* - podrobněji v kapitole 4.2
    - Konvenční vakuové napařování
    - Napařování elektronovým svazkem
    - Reaktivní napařování
    - Molekulární epitaxe
  - *Naprašování* - podrobněji v kapitole 4.3
    - Diodové naprašování
    - Magnetronové naprašování
    - Reaktivní naprašování
    - Iontové plátování
    - Reaktivní iontové plátování
    - Depozice iontovým svazkem
  - *Plasmové procesy*
    - Plasmová oxidace
    - Plasmová polymerizace
    - Plasmová nitridace
    - Plasmová redukce
    - Depozice katodovým obloukem
    - Plasmatem obohacená CVD
- **Chemické procesy z plynné fáze:**
  - *CVD (Chemical Vapor Deposition)*
    - CVD epitaxe
    - CVD atmosférickým tlakem
    - CVD nízkým tlakem
    - Laserem vyvolaná CVD
    - Elektronově obohacená CVD
    - Metalorganická CVD
  - *Termické procesy*
    - Termická oxidace
    - Termická polymerizace
    - Termická nitridace

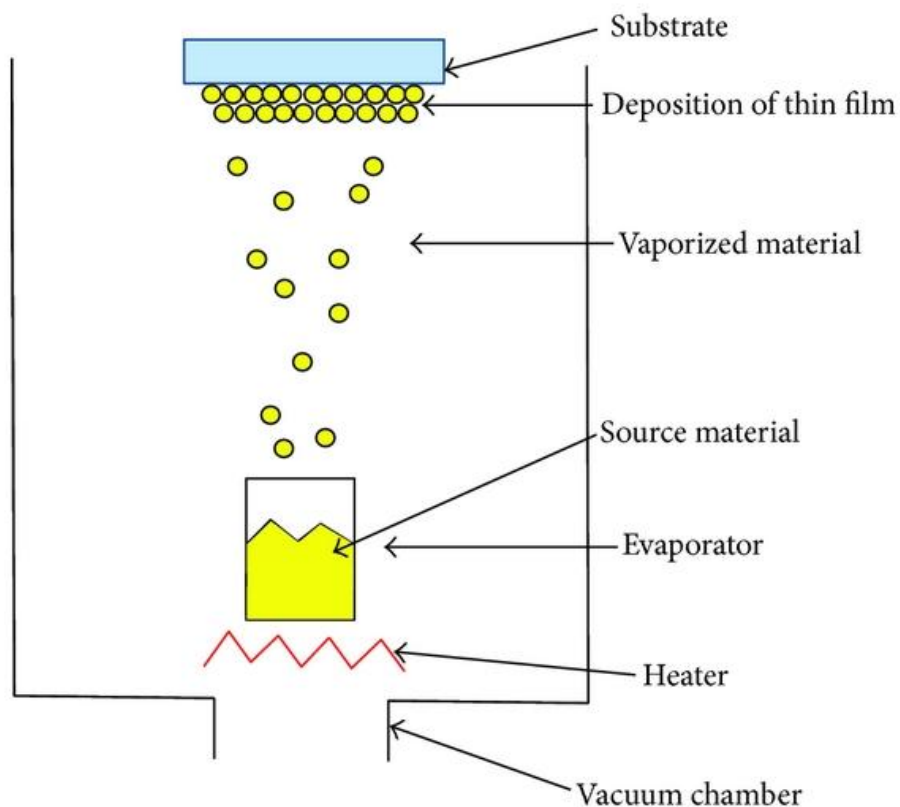
- **Chemické procesy z kapalně fáze:**
  - *Elektro-procesy*
    - Elektroplátování
    - Bezelektrodové plátování
    - Elektrolytická anodizace
    - Chemické redukční plátování
    - Elektroforézní depozice

## 4.2 Napařování

Napařování je jednou z elementárních metod užívaných pro vytváření tenkých vrstev, jejíž podstata spočívá ve vytvoření par nanášeného materiálu a jejich transportu a následném ulpění na substrátu [6]. V následujícím textu bude popsán princip napařovacího procesu a některá jeho význačná specifika.

### 4.2.1 Princip vakuového napařování

Základní princip vakuového napařování bude vysvětlen za pomoci obrázku 2, schematicky znázorňujícího probíhající proces odporového vakuového napařování.



Obr. 2: Schematické znázornění procesu odporového vakuového napařování

Depoziční proces se odehrává v uzavřeném recipientu (*vacuum chamber*), v němž je vytvořeno vysoké vakuum o zbytkovém tlaku v rozmezí  $10^{-4}$  až  $10^{-6}$  Pa. Díky tomu dojde ke zvětšení střední volné dráhy částic deponovaného materiálu [4][5], jimž by za normálního tlaku „překážely“ částice vzduchu a bránily jim v dosažení substrátu, což by kromě jiného mělo za následek i velmi nerovnoměrnou napařenou vrstvu. Vakuum je v recipientu vytvořeno pomocí vývěv, obvykle v několika krocích, kdy je z prostoru nejprve odčerpán vzduch na tlak v řádu jednotek Pa pomocí jedné vývěvy (tzv. předčerpání) a následně je další vývěvou dosaženo požadované úrovně vakua. Po předčerpání (avšak za stálého chodu vývěvy) je někdy prováděno tzv. iontové čištění - přivedením napětí na speciální elektrody (nejsou znázorněny na obrázku) se vytvoří doutnavý výboj. Tento výboj ionizuje molekuly zbylého vzduchu v recipientu, které posléze bombardují vnitřní povrch recipientu a uvolňují tak povrchově vázané molekuly plynů, jež jsou pozůstatkem atmosférického tlaku, který v recipientu původně byl [3][6]. Po ukončení čerpání na vysoké vakuum se v recipientu ustaví rovnovážný tlak jako výchozí stav pro průběh samotného napařování [5].

Deponovaný materiál (*source material*) je umístěn ve výparníku (*evaporator*), dle svého typického tvaru nazývaného též lodička. Lodiček může být v recipientu umístěno vícero, to pro případ, že by bylo požadováno vytvoření vrstvy složené z několika různých materiálů - lodičky jsou pak zahřívány současně [3]. Výparník a s ním i deponovaný materiál musejí být zahřáty na takovou teplotu, aby došlo k odpaření nanášeného materiálu, ke kterémužto účelu je na obrázku 2 využito odporového ohřevu (*heater*). Tímto lokálním zvýšením teploty je narušen rovnovážný stav v recipientu, a je tak definován směr proudění odpařovaných částic (*vaporized material*) - z výparníku o vyšší teplotě na podložku (*substrate*) o teplotě nižší [5]. Při styku napařovaného materiálu s podložkou dochází k jeho kondenzaci, a tím k vytváření vrstvy. Před substrátem je zpravidla umístěna maska (není na obrázku), přesně definující tvar a rozměry nanášené vrstvy. Po ukončení napařování je možno recipient opět zavzdušnit a substrát s napařenou tenkou vrstvou vyjmout [3].

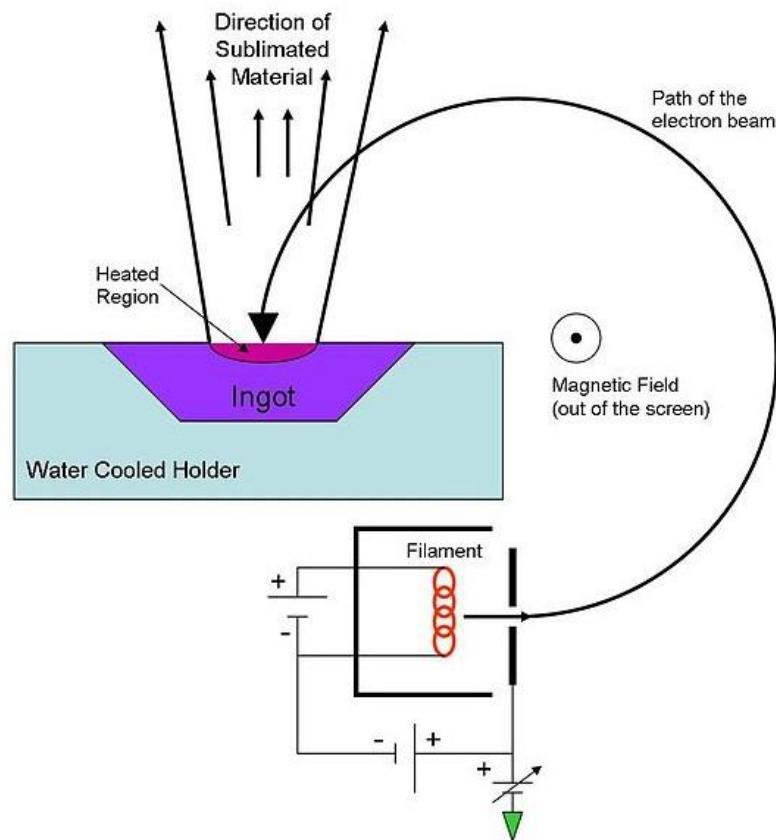
#### 4.2.2 Metody zahřívání odpařovaného materiálu

Nanášený materiál může být zahříván (a odpařován) různými způsoby. Účelem ohřívacího mechanismu je zahřát nanášený materiál na teplotu dostatečnou pro jeho odpaření, přičemž však nesmí odpařovaný materiál jakkoli kontaminovat ani s ním reagovat, jakož by během celého procesu neměl ani narušovat vakuum v recipientu uvolňováním kyslíku, vodíku, dusíku či jiných plynů [1].

Jako první se nabízí odporový ohřev, jenž byl využit i při výkladu principu napařování v předešlé části. Principiálně nejjednodušší, odporový ohřev spočívá v průchodu kovového úseku elektrickým proudem - může se jednat o drátek stočený do spirály či do kuželu (tyto se obvykle vyrábějí z wolframu), kovový pásek rovný,

vytváraný (např. zmíněná lodička) i jinak příhodně složený (tyto jsou vyráběny např. z wolframu, molybdenu či tantalu) nebo takzvané sublimační pece vzniklé určitým poskládáním, zohýbáním a bodovým svařením tantalových pásků. Každé ze zmíněných uspořádání má své specifické vlastnosti, jichž je s výhodou využíváno při odpařování látek, pro něž by se jiná konfigurace nemusela hodit. Odporový ohřev má jisté nevýhody, mezi něž lze zařadit možnost znečištění ohřivače či materiálu nebo omezení dané maximálním elektrickým proudem a napětím, jež lze k ohřevu použít [1].

Druhou z používaných metod ohřevu je odpařování elektronovým paprskem, který mimo jiné odstraňuje výše uvedené nevýhody odporového ohřevu a umožňuje napaření takřka libovolného materiálu a v libovolném množství [1]. Princip je uveden na obrázku 3.



Obr. 3: Schematické znázornění principu odpařování elektronovým paprskem

Odporově zahříváný drátek (*filament*) tepelně emituje elektrony, které jsou následně urychlovány, a za pomoci magnetického pole je jejich proud ohýbán způsobem uvedeným na obrázku - tak, aby dopadal na odpařovaný materiál. Ten je umístěn ve vodou chlazeném kelímku, čímž je zajištěno, že se zahřívá a odpařuje vždy jen část nanášeného materiálu (*heated region*). Pro své příznivé vlastnosti se ohřev

elektronovým paprskem stal hojně používaným v aplikacích, kde je třeba dosahovat vysoce čistých napařených vrstev [1].

Uvedené dvě metody nejsou samozřejmě kompletním výčtem možností ohřevu deponovaného materiálu - dalšími jsou kupříkladu vysokofrekvenční odporový ohřev, odpařování za pomoci iontového svazku či laseru [4]. Každá z metod má své výhody a nevýhody a na jejich základě je pak v té či oné aplikaci využívána.

#### 4.2.3 Další vlastnosti a specifiky

Jedním z velmi důležitých ohledů, jež je třeba při napařování brát v potaz, je rovnoměrnost vytvořené vrstvy, která nemusí být samozřejmě rovinná. Substráty pro depozici vrstvy bývají obvykle rovinnými destičkami, kdežto zdroj odpařovaného materiálu rovinným být rozhodně nemusí - dobrým příkladem je dříve uvedená lodička, již lze většinou přirovnat ke kosinovému zářiči [3]. Tato skutečnost vyplývá z kinetické teorie plynů, protože byla i experimentálně prokázána - z lodičky se materiál odpařuje nejintenzivněji kolmo vzhůru a s odklonem směru od této kolmice intenzita postupně klesá [1]. Lodička navíc není umístěna kolmo pod destičkou. Aby se tato nerovnoměrnost minimalizovala, je možnost podložkou během napařování rotovat [3].

V některých případech je výhodné substrát vyhřívat. Zvětšuje se tím jeho povrchová energie, což vede ke dvěma důsledkům, a sice k nárůstu pravděpodobnosti, že se napařovaná částice na povrchu substrátu zachytí, a zároveň ke zvýšení šance, že bude částice z povrchu desorbována. V závislosti na tom, který z důsledků je dominantní, pak je či není výhodné substrát vyhřívat [3]. Zvýšené teploty lze rovněž využít po skončení samotné depozice. Deponovaná vrstva nebývá dokonalá, obsahuje různé defekty, nehomogenity ve struktuře a vnitřní pnutí, jež mohou zapříčinit dlouhotrvající, pozvolné změny vlastností vrstvy, které se snaží ustavit celý systém do termodynamické rovnováhy. Tento proces je možno urychlit (a tím stabilizovat parametry) právě vystavením systému zvýšené teplotě [4].

Pro kvalitu deponované vrstvy je v neposlední řadě klíčová i rychlost napařovacího procesu. Vyšší rychlost napařování vyžaduje rovněž vyšší teplotu výparníku, což však může zapříčinit, že se z odpařovaného materiálu budou namísto jednotlivých molekul uvolňovat naráz celé shluky částic, které pak při dopadu na podložku výrazně přispívají k nerovnoměrnosti vytvářené vrstvy [3].

Speciálním typem napařovacích technik je tzv. **reaktivní napařování**, kdy recipient obsahuje specifický prvek (kyslík, dusík) ve formě zředěného plynu (stále je však třeba, aby bylo uvnitř vakuum s tlakem v desetinách milipascalu). Odpařovaný materiál pak cestou reaguje s tímto plynem a vytváří příslušnou sloučeninu (oxid, nitrid), která je teprve deponována na substrát. Z podstaty věci je však zřejmé, že má tato metoda jeden značný nedostatek - na jednu stranu je třeba mít v recipientu



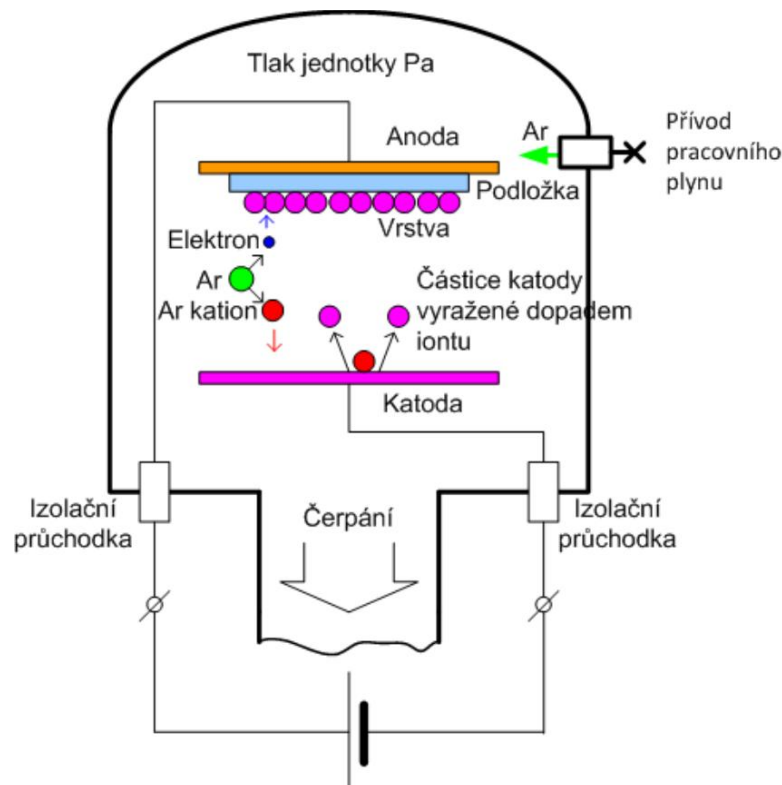
dostatečně vysoké vakuum, na stranu druhou příliš nízká koncentrace pracovního plynu může mít negativní vliv na kvalitu vytvářené vrstvy, neboť všechny odpařované částice nemusejí mít „příležitost“ cestou zreagovat s pracovním plynem. Proto je tohoto principu častěji využíváno u naprašování, které nevyžaduje vakuum [3].

### 4.3 Naprašování

Naprašování je široce využívanou metodou pro výrobu tenkých vrstev, jež tkví v narušování povrchu terče tvořeného nanášeným materiálem, jehož částice se tak uvolňují a dopadají na substrát. K uvolňování materiálu bývá využíváno nárazů částic o dostatečně velké energii. Možnosti použití naprašovacích technik se netýkají pouze vytváření tenkých vrstev - obecně se metody využívající naprašování (resp. rozprašování) užívají při výrobě polovodivých destiček, čištění povrchů, mikroobrábění či kupříkladu vytváření hloubkových profilů na určeném povrchu [13]. Tato kapitola se však bude nadále věnovat pouze naprašování ve smyslu vytváření tenkých vrstev.

#### 4.3.1 Katodové naprašování

Katodové naprašování, rovněž známé jako diodové či naprašování stejnosměrným napětím [1], je z hlediska principu pravděpodobně nejjednodušší naprašovací metodou. Pro výklad bude opět použito následujícího obrázku.



Obr. 4: Principiální schéma procesu katodového naprašování

Celý proces se analogicky s napařováním odehrává v uzavřeném recipientu, v němž je vytvořeno vakuum. Na rozdíl od zmíněného napařování se však v tomto případě jedná o vakuum s tlakem v řádu jednotek Pa - v recipientu je totiž nutná přítomnost inertního pracovního plynu. Nejčastěji je k tomuto účelu používán argon, který je dovnitř napouštěn jehlovým ventilem vyobrazeným v horní části obrázku 4. Zároveň je třeba recipient stále čerpat, aby v něm byl udržován stálý požadovaný tlak. Napařovaný vodivý materiál je uzpůsoben do tvaru rovinného terče a sám o sobě tvoří katodu - anoda, před níž je umístěn substrát s požadovanou maskou, se nachází naproti katodě. Na katodu je ze zdroje přiveden záporný potenciál v řádu tisíců voltů, anoda bývá připojena na uzemněnou kostru recipientu [4][15]. Tímto je systém připraven na samotnou depozici.

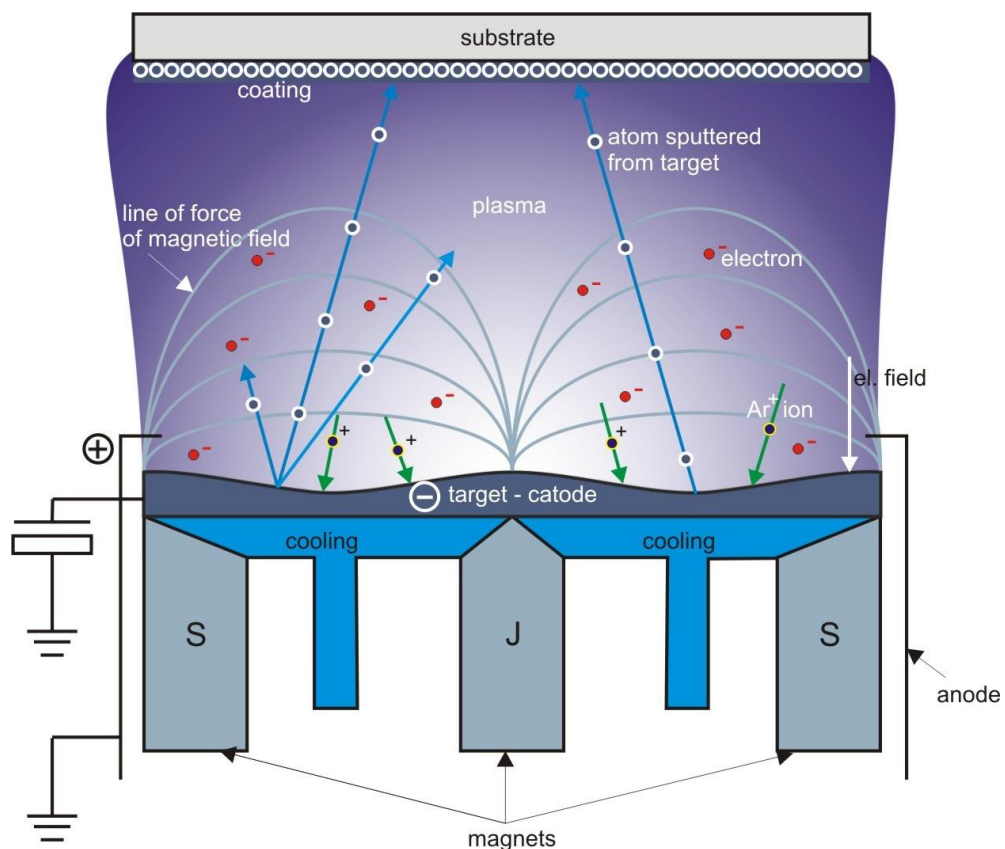
Je-li v recipientu správný tlak a na elektrody je připojeno vhodné napětí, dojde mezi elektrodami k doutnavému výboji [13]. Ten ionizuje částice pracovního plynu, vzniká plasma, v němž jsou tyto částice rozděleny na kationty a elektrony [4]. Vzniklé plasma má rovnoměrně prostorově rozložený potenciál jen o něco vyšší, než je potenciál anody (lehčí a pohyblivější elektrony se z plasmatu emitují rychleji než těžší kationty, proto má plasma kladný náboj [4]). Kationty jsou pak přitahovány k záporně nabitě katodě, kdežto elektrony směřují k anodě (jejich hmotnost je však dostatečně malá, takže svým dopadem nepoškozují vrstvu naprášenou na substrát [4]). Před katodou je oblast, v níž je vlivem doutnavého výboje vytvořeno velmi silné elektrické pole (tzv. katodový spád), které urychluje ionty emitované výbojem (výboj vede k nerovnoměrnému rozložení potenciálu v prostoru recipientu) [4][13]. Tyto pak bombardují terč a mají dostatečnou energii na to, aby z něj vyrážely částice napařovaného materiálu, jež se poté usazují na okolních površích, především pak na substrátu, který může pro zlepšení homogenity vrstvy v recipientu rotovat [4][15]. V důsledku bombardování katody rovněž příležitostně vznikají tzv. sekundární elektrony, emitované z jejího povrchu, které směřují k anodě. Stejně jako ionty z výboje jsou i tyto elektrony urychleny v oblasti katodového spádu a získávají značnou energii. Cestou k anodě se srážejí s částicemi pracovního plynu, předávají jim svou energii a ionizují je - dochází tak k udržování plasmatického výboje, jenž by bez přispění sekundárních elektronů rychle ztratil potřebnou hustotu [13].

Jelikož při diodovém napařování tvoří nanášený materiál katodu, je zjevné, že při depozici vrstev z nevodivých materiálů začne tato metoda rychle selhávat. Na povrchu terče se kvůli bombardování kationty začne hromadit kladný náboj a postupně vytvoří bariéru, jež bude další kationty odpuzovat [4][15]. Pro tento účel byla vyvinuta modifikace diodové metody, nazývaná **RF napařování** (též střídavé napařování), která namísto stejnosměrného využívá střídavé napětí o vysoké frekvenci v řádu stovek kHz až menších desítek MHz (pozn.: *RF = radio frequency = využívající rádiové frekvence*). Obě elektrody si tak periodicky vyměňují role katoda - anoda. Použití vysoké frekvence umožňuje střídavému napětí fakticky ignorovat rezistivitu

deponovaného materiálu, a tedy je možné takto vytvářet jak vodivé, tak i izolační vrstvy [1]. Navíc tak přirozenou cestou dojde k eliminaci výše zmíněného problému - náboj nahromaděný během jedné půlperrody je během druhé půlperrody neutralizován díky opačné polaritě elektrod [15]. Druhou z velkých výhod RF naprašování jsou oscilace elektronů emitovaných plasmatickým výbojem - v důsledku nepřetržité rychlé výměny polarit obou elektrod se elektrony pouze nepřemístí k anodě a neukončí tím svou cestu, nýbrž oscilují mezi oběma elektrodami, a mnohem více se tak pohybují v rámci vzniklého plasmatu. Tím výrazně přispívají k ionizaci částic pracovního plynu, zvyšují tak hustotu plasmatu a v konečném důsledku tedy urychlují celý depoziční proces. Rovněž zároveň snižují nutnost se v tomto ohledu spoléhat na sekundární elektrony [13]. Aby se zabránilo opětovnému odprášení vrstvy nanesené v předešlé půlperiodě, je zapotřebí střídavé napětí navíc „podložit“ stejnosměrným předpětím - toho je možné dosáhnout například použitím střídavého napájení s přidaným nastavitelným stejnosměrným předpětím nebo zařazením kondenzátoru do série se střídavým zdrojem [4].

#### 4.3.2 Magnetronové naprašování

Magnetronové naprašování lze považovat za přímé vylepšení „obyčejné“ katodové technologie. Princip bude vyloženo s pomocí obrázku 5.



Obr. 5: Schematické znázornění průběhu magnetronového naprašování

Princip depozice magnetronovým naprašováním je v základu shodný s konvenční diodovou nebo s RF metodou (magnetronem lze vylepšit obě zmíněné metody [13]) - ionty pracovního plynu emitované z doutnavého výboje narážejí do terče a vyrážejí částice naprašovaného materiálu, které posléze dopadají na substrát. Rozdíl spočívá v přidání planárního magnetronu do recipientu, konkrétně tedy pod katodu - magnetron bývá realizován silnými permanentními magnety, případně elektromagnetem [4][15]. Takto je před katodou vytvořeno statické magnetické pole definovaného tvaru, paralelně s povrchem katody, které je na obrázku 5 znázorněno magnetickými siločarami (*line of force of magnetic field*). Tímto polem jsou zachytávány sekundární elektrony, emitované z terče vlivem dopadajících iontů [13]. Zde na ně působí Lorentzova síla, kvůli níž se elektrony namísto prostého pohybu k anodě začnou pohybovat po spirále podél siločar magnetického pole [15]. V důsledku toho se dráha těchto sekundárních elektronů výrazně prodlouží, čímž významně roste i pravděpodobnost jejich srážky s částicemi pracovního plynu. Během srážek elektrony postupně ztrácejí svou kinetickou energii, jež je spotřebována na ionizaci částic plynu, případně je přeměňována na teplo, pakliže dojde k vzájemné srážce dvou sekundárních elektronů. Výsledkem je tak vznik prstence velmi hustého plasmatu v těsné blízkosti katody - ionty z něj emitované mají proto velkou šanci zasáhnout terč, což zároveň vede i k většímu počtu emitovaných sekundárních elektronů, a tedy v konečném důsledku k dalšímu zvýšení hustoty plasmatu [13]. Díky tomu je možné provádět celý proces s použitím menšího napětí (stovky voltů) a za nižšího tlaku (desetiny pascalu) - menší počet částic pracovního plynu je kompenzován zvýšenou pravděpodobností jejich ionizace. Menší tlak je zejména výhodný, neboť vede k vyšší čistotě deponované vrstvy [15].

Magnetronové naprašování je v současné době nejrozšířenější naprašovací technologií pro depozici tenkých vrstev, neboť přidáním magnetronu se významně zvyšuje efektivita celého procesu [13]. Zajímavostí je, že z pouhého pohledu na terč z nanášeného materiálu lze poznat, zdali byl používán při magnetronovém naprašování - plasmatický prstenec se totiž projeví vyhloubením specifického reliéfu do terče (v okolí prstence je v důsledku jeho hustoty nejvyšší pravděpodobnost srážky iontu s katodou). Tato skutečnost je dobře ilustrována na výše použitém obrázku 5.

### 4.3.3 Reaktivní naprašování

Až dosud bylo při výkladu předpokládáno, že v recipientu je přítomen pouze inertní pracovní plyn, jehož účelem bylo poskytovat částice ionizovatelné doutnavým výbojem, a tedy prostředí, v němž může být vytvořeno plasma. Jakékoliv další plynné složky byly nežádoucí. Jiná situace nastává u takzvaného reaktivního naprašování, jehož podstata byla nadnesena již při popisu reaktivního naprašování. Do recipientu je spolu s inertním pracovním plynem napouštěn i reaktivní plyn, jehož účelem je chemicky reagovat s odprášenými částicemi terče (zde zpravidla kovového), a vytvořit

tak slitinu či chemickou sloučeninu, která teprve dopadne na substrát. Nejčastěji jsou takto vytvářeny oxidy, nitridy, sulfidy nebo karbidy vpuštěním příslušného reaktivního plynu (kyslík, dusík, síra, metan / acetylen / propan) [1].

Z výrobního hlediska je jednodušší vytvořit kovový terč o vysoké čistotě (a následně využít reaktivního naprašování) než stejně čistý terč tvořený přímo požadovanou sloučeninou, neboť ta zpravidla podléhá existenci některých nežádoucích jevů (je porézní, obsahuje částice plynů a další nečistoty). Ve výsledku je však třeba u každé aplikace zvážit zvlášť, zdali se více vyplatí naprašovat sloučeninu přímo nebo raději reaktivně - v potaz vstupuje řada faktorů včetně požadované rychlosti procesu, čistoty a kvality vrstvy a samozřejmě i ceny a výhodnost toho či onoho řešení nemusí být vždy na první pohled zřejmá [1].

#### 4.4 Porovnání metod napařování a naprašování

Tab. 1: Porovnání význačných charakteristik metod napařování a naprašování [1][3][4]

Napařování	Naprašování
Probíhá ve vysokém vakuu Tlak v recipientu: $10^{-4}$ - $10^{-6}$ Pa Není přítomen žádný pracovní plyn	Probíhá v nižším vakuu Tlak v recipientu: $10^0$ Pa Je třeba inertní pracovní plyn
Materiál je deponován zahříváním, odpařováním a následnou kondenzací na substrátu	Materiál je deponován bombardováním kationty, odprašováním a následným usazováním na substrátu
Odpařovaný materiál stoupá k substrátu kolmo vzhůru, částice dopadají rovnoběžně, vrstva má pak strmý okraj	Částice bombardují substrát pod různými úhly, nejvíce se jich usazuje uprostřed motivu a vrstva má pak pozvolný náběh
Odpařované částice mají nízkou kinetickou energii (okolo 0,1 eV)	Odprašované částice mají vyšší kinetickou energii (asi 2 až 30 eV)
Vzhledem k nízké kinetické energii částic vykazuje vrstva nižší adhezi - lze ji snadno mechanicky poškodit (např. poškrábat)	Vyšší kinetická energie částic zajišťuje vrstvě lepší adhezi, a tím i vyšší odolnost vůči mechanickému poškození
Střední volná dráha je větší než vzdálenost mezi výparníkem a substrátem	Střední volná dráha je menší než vzdálenost mezi terčem a substrátem

<b>Napařování</b>	<b>Naprašování</b>
Deponovaná vrstva je jen minimálně znečištěna částicemi zbylého plynu v recipientu	Deponovaná vrstva má větší šanci být znečištěna částicemi pracovního plynu
Substrát se zahřívá, neboť kondenzující páry mu předávají své teplo	Substrát se zahřívá v důsledku přítomnosti plasmatu a kvůli sálání tepla z katody, která je zahřívána bombardujícími ionty
Rychlost procesu je omezena nutností odpařovat pouze jednotlivé částice, nikoliv celé shluky naráz	Rychlost procesu je omezena teplotou katody a teplotou substrátu
Depozice je velice rychlá, řádově jednotky až menší desítky sekund	Depozice je relativně pomalá, v závislosti na použitém výkonu a nanášeném materiálu jde o jednotky až desítky minut
Zdrojové materiály jsou k dispozici ve vysokých čistotách, nelze však napařovat libovolný materiál	Terče je možno vyrábět prakticky z libovolného materiálu, jejich čistota však závisí na zvoleném materiálu

## 5. Popis a vlastnosti vytvořených vzorků

V rámci praktické části této práce bylo vytvořeno celkem 32 tenkovrstvých vodivých struktur (dále jen „vzorky“), z toho 20 pomocí napařování a 12 pomocí napařování. V následujícím textu bude uveden konkrétně použitý postup vytváření vzorků, popis parametrů a měřených vlastností vzorků včetně použitých metod a nakonec samotné zaznamenané a změřené hodnoty v tabelované formě.

### 5.1 Seznam zaznamenávaných a vyhodnocovaných veličin

Při přípravě vzorků bylo zaznamenáváno a měřeno několik význačných parametrů a vlastností, jejichž seznam včetně podrobnějšího popisu dané veličiny (je-li nutný) je uveden v tabulce 2 níže. Od tohoto místa dále bude pro tyto veličiny používáno značení zavedené v tabulce 2.

Tab. 2: Soupis a vysvětlení veličin zaznamenávaných pro vytvářené vzorky

Značení a jednotky	Pro jakou depoziční metodu byla veličina užitá	Popis veličiny
$h$ [nm]	Napařování Napařování	Tloušťka vrstvy deponované na podložku
$R$ [ $\Omega$ ]	Napařování Napařování	Elektrický odpor deponované vrstvy
$R_{sq}$ [ $\Omega$ ]	Napařování Napařování	Odpor na čtverec - tenkovrstvý motiv deponovaný na substrát je pomyslně rozdělen na čtverce a celkový odpor vrstvy je rozpočítán mezi ně
$p_V$ [Pa]	Napařování Napařování	Tlak vzduchu v recipientu v okamžiku započetí depozice (napařování) / před napuštěním recipientu argonem (napařování)
$p_{Ar}$ [Pa]	Napařování	Tlak argonu v recipientu v průběhu napařovacího procesu
$P_F$ [W]	Napařování	Celkový (forward) výkon dodávaný plasmatickým výbojem

Značení a jednotky	Pro jakou depoziční metodu byla veličina užitá	Popis veličiny
$P_R$ [W]	Naprašování	Odražený (reflected) výkon - k jeho vzniku dochází při rozdílných impedancích plasmatu a katody, má nepříznivý vliv na kvalitu naprášené vrstvy, a je tedy nežádoucí
$P_Č$ [W]	Naprašování	Čistý výkon použitý k naprašování; spočítá se odečtením odraženého výkonu od výkonu celkového
$t$ [min]	Naprašování	Doba, po kterou depoziční proces probíhal (od nastavení požadovaného výkonu do jeho opětovného snížení na nulovou hodnotu)
$l_D$ [mm]	Napařování	Délka použitého drátku (průměr byl pro všechny drátky stejný)

## 5.2 Popis použitých depozičních postupů

Pro obě užitá depoziční metody bylo jako substrátu využito skleněných, obdélníkových destiček o rozměrech 75 x 25 mm (a tloušťce přibližně 1 mm). Na tyto podložky byla posléze deponována tenká vrstva v podobě hliníkového proužku, jehož rozměry se pro obě depoziční metody lišily, a sice se jednalo o 50 x 5 mm pro naprašování a 67 x 5 mm pro napařování. Všechny podložky byly nejprve na několik minut ponechány v acetonové lázni a poté osušeny čistým hadrem. Těsně před použitím pak byly otřeny hadrem namočeným v isopropylalkoholu, osušeny a následně zbaveny prachu a dalších drobných nečistot pomocí proudu stlačeného vzduchu.

### 5.2.1 Naprašování

Naprašované vzorky byly vytvářeny v naprašovacím zařízení *Balzers Pfeiffer PLS 160 Labor-System*, nacházejícím se v laboratoři Katedry elektrotechnologie. Toto zařízení využívá magnetronového RF naprašování. Jakožto pracovního plynu bylo užito argonu.

Očištěný substrát byl umístěn do držáku s maskou a posléze vložen do naprašovací komory nad hliníkový terč. Po uzavření komory bylo možné spustit odčerpávání vzduchu, ke kterémužto účelu je naprašovací zařízení vybaveno dvěma vývěvami - membránovou, která provádí předčerpání, a turbovývěvou, jež vytváří žádanou hladinu vakua. Odčerpávání vzduchu tvořilo z celého naprašovacího procesu tu zdaleka nejdéle trvající část, neboť v průměru trvalo mezi 30 a 40 minutami. Za



dostatečnou hladinu vakua byl považován vzduch o tlaku 3 mPa - po dosažení této hodnoty byl uzavřen škrticí ventil, přes nějž se čerpání provádělo, a komora byla napuštěna argonem na tlak 2 Pa. V tuto chvíli již bylo možno zahájit samotný depoziční proces, tedy zapnout RF generátor a nastavit požadovaný napařovací výkon. Zde je nutno podotknout, že se nejednalo o úkon zcela triviální, neboť se zvyšováním celkového výkonu vzrůstal i výkon odražený, přičemž žádoucí bylo odražený výkon co nejvíce minimalizovat. Toho lze dosáhnout úpravou kapacity a napětí doutnavého výboje (pomocí ovládacích prvků RF generátoru), čímž se provádí impedanční přizpůsobení tak, aby si hodnoty impedance výboje a katody byly co nejbližšími. Tento proces však v některých případech trval i několik minut, a je tedy nasnadě, že mohl mít nepříznivé účinky na kvalitu deponované vrstvy. Jako minimální dosažitelná hodnota odraženého výkonu se ve všech případech ukázalo být přibližně 10 % celkového výkonu. Napařování probíhalo po určitý stanovený čas (zvolené doby depozice byly mezi 5 a 25 minutami v závislosti na použitém výkonu), pročež byl výkon generátoru snížen na nulu, vývěva vypnuta a škrticí ventil otevřen, aby došlo k opětovnému zavzdušnění komory. Vyjmutím vzorku byl proces ukončen a mohl být opakován pro přípravu dalšího vzorku.

## 5.2.2 Napařování

Napařované vzorky byly vytvářeny v napařovacím zařízení *Edwards High Vacuum LTD. SPEEDIVAC 19E6/425*, nacházejícím se rovněž v laboratoři Katedry elektrotechnologie. Toto zařízení využívá principu odporového ohřevu deponovaného materiálu.

Očištěný substrát byl opět upevněn do držáku s maskou (jiného než pro napařování, pozn.) a zavěšen do recipientu. Jako lodička byl pro napařování použit spirálovitě stočený wolframový drátek, do jehož středu se vkládal napařovaný materiál v podobě několikrát přehnutého hliníkového drátku. Délka vloženého drátku definovala předpokládanou tloušťku vytvořené vrstvy - použity byly délky 40, 50 a 60 mm (průměr 1 mm pro všechny). Zavěšený držák se substrátem bylo třeba umístit do takové polohy, aby se nacházel pokud možno přímo nad lodičkou, ideálně samozřejmě rovnoběžně se dnem recipientu. Tímto bylo vše připraveno, recipient mohl být uzavřen a čerpání vzduchu spuštěno. K čerpání vzduchu disponuje napařovací zařízení rotační vývěvou pro předčerpání a difúzní vývěvou pro dosažení vysokého vakua (v této fázi čerpání pracují obě vývěvy současně). Jelikož se jedná o zařízení starší, přechod mezi vývěvami nebyl automatický jako u napařovacího zařízení, nýbrž bylo zapotřebí jej po určité době předčerpávání (10 minut) provést manuálně. Za dostatečnou hladinu vakua byl považován tlak v rozmezí  $(2 \text{ až } 3) \cdot 10^{-5}$  torru, což je přibližně 2,67 až 4 mPa. Po dosažení této hodnoty, což opět trvalo přibližně 30 až 40 minut, již bylo možno zapnout napájení lodičky a přivést na ni napětí - v závislosti na přiloženém napětí začal lodičkou protékat proud a zahřívat ji (spolu s ní i odpařovaný

drátek). Ohřev bylo třeba provádět zpočátku pozvolna tak, aby se odpařovaný drátek „natavil“, v kterýžto moment došlo k obalení lodičky hliníkem z roztaveného drátku (příliš prudký ohřev by mohl zapříčinit utavení konce drátku, jenž by neměl čas se dostatečně ohřát). Následně bylo zvýšením napětí dosaženo odpaření roztaveného hliníku (recipient disponuje průzorem pro vizuální posouzení stavu lodičky). Poté již bylo možno napětí snížit na nulu, vypnout napájení, zavřít ventil pro čerpání vzduchu a otevřít zavzdušňovací ventil recipientu.

### 5.3 Měřené vlastnosti a metody užití k jejich měření

U vytvořených vzorků byly sledovány dvě vlastnosti, a sice jejich tloušťka (respektive profil) a elektrický odpor. Jak jasně vyplývá z teoretických kapitol výše, tloušťka je pro tenké vrstvy naprosto stěžejní vlastností, její změření je proto nezbytné pro relevantní zhodnocení připravených vzorků. S měřením tloušťky se pojí i měření profilu (jedná se o tutéž jednu operaci), který má nemalou výpovědní hodnotu o kvalitě depozičního procesu (a tedy i vytvořené vrstvy). Druhou ze sledovaných vlastností je pak elektrický odpor - jelikož vytvářeny byly vrstvy vodivé, je nasnadě, že právě elektrický odpor by mohl být vhodným hodnotícím parametrem vzorků.

#### 5.3.1 Profil a tloušťka vrstvy

Pro měření profilů a tlouštěk vrstev bylo použito zařízení *Taylor Hobson Form Talysurf Intra 2*, také se nacházející v laboratoři Katedry elektrotechnologie. Toto zařízení využívá k měření takzvanou hrotovou metodu - k podložce s nanesenou vrstvou se vhodnou silou přitlačí jemný hrot („vhodnost“ síly vzhledem k rozsahu přístroje ohlídá software příslušící k zařízení a dává o tom vědět uživateli). Tento hrot poté pomalým tempem přejíždí přes podložku a přes vrstvu na ní, přičemž zařízení detekuje výkyvy hrotu a převádí je pomocí elektromagnetické indukce na elektrický signál [16]. Software tento signál zpracuje a vyhodnotí z něj profil změřeného úseku.

Jelikož připravené vzorky tvořily úzké proužky hliníkových vrstev, bylo výhodné měřit tyto proužky napříč, přičemž vždy byl změřen i kus samotné podložky před a za vrstvou, aby tak bylo možno určit tloušťku vrstvy. Měřeno bylo vždy na třech místech proužku, a sice uprostřed a poté blízko (zhruba 5 mm) od obou krajů; měřený úsek měřil 10 mm, a to tak, aby se proužek (široký 5 mm) nacházel přibližně v jeho středu. Získané záznamy byly posléze vyhodnoceny v novější verzi softwaru (*TalyProfile Gold*), jež umožnila přesnější a pohodlnější změření tloušťky vrstvy.

Důležitou poznámkou k měření hrotovou metodou je jeho nesmírná náchylnost k okolním vibracím. Jelikož měřicí zařízení musí být kalibrováno pro zaznamenávání velmi jemných výchylek, i zdánlivě nevinné úkony jako obyčejná chůze okolo měřicího

pracoviště či opření se o stůl se zařízením v průběhu měření dokáží způsobit výchylku značnou natolik, že celé aktuální měření znehodnotí. Pro získání relevantních výsledků bez nutnosti neustálého opakování měření je tedy vhodné mít tuto skutečnost na paměti.

### **5.3.2 Elektrický odpor vrstvy**

K měření elektrického odporu vytvořených vrstev byl využit multimetr *METEX M-3850D*, a sice ve funkci ohmmetru (tedy zobrazovanou veličinou byl rovnou odpor). Použitou metodu lze označit spíše za orientační, a to ze dvou důvodů. Tím prvním je využití pouze dvou hrotů, přiložených na konce měřeného hliníkového proužku, čímž dochází ke vzniku jisté chyby metody. Hlavním důvodem je však vzhled prakticky všech naprášených vzorků, kdy se na obou koncích proužku nacházely tmavé, nedostatečně deponované oblasti vykazující neúměrně vysoké hodnoty odporu (příčiny tohoto jevu budou rozebrány ve vyhodnocení v kapitole 6). Přechody mezi správně naprášenou vrstvou a těmito defektními oblastmi byly pozvolné, nejasně definované, z čehož vyplývala potíž se změřením odporu - na jedné straně bylo třeba umístit hroty měřících kabelů multimetru co nejblíže okrajům vzorku, na straně druhé pak zase nezahrnovat do měření zmíněné tmavé oblasti, neboť jejich vysoký odpor by akorát zkrusoval získané výsledky. Z tohoto důvodu byl odpor každého vzorku změřen celkem pětkrát, aby se následným zprůměrováním těchto hodnot alespoň částečně vyloučil vliv uvedeného jevu.

Ačkoli popsaný způsob měření elektrického odporu by snad mohl být pro svou spíše orientační povahu považován za nepřesný, a tudíž nevhodný, lze jej v tomto případě považovat za dostatečný. Naměřené hodnoty odporů byly dostatečně velké (jednotky až desítky ohmů), aby se odpory vodičů, přechodové odpory a další parazitní jevy daly zanedbat. Navíc chyba vnesená do měření vlivem nedostatečně naprášených okrajů by výhody přesnější měřicí metody snadno převážila.

## **5.4 Vzorky vytvořené naprašováním**

### **5.4.1 Parametry depozičního procesu**

V tabulce 3 níže jsou uvedeny všechny sledované a nastavované parametry pro proces naprašování, a sice tlak vzduchu a argonu v komoře, výkon celkový, odražený a čistý a doba naprašování. Vzorky jsou označeny čísly od 1 do 20 podle pořadí, v jakém byly vytvořeny. V tabulce 3 jsou však vzorky pro lepší srovnatelnost seřazeny nejprve dle čistého výkonu a následně podle doby naprašování (vzestupně).

Vzhledem k výše popsanému procesu impedančního přizpůsobování a také k nutnosti manuálně odměřovat a hlídat dobu depozice nebylo vždy možné dosáhnout naprašování čistým výkonem po celou stanovenou dobu depozice. Tato skutečnost je

v tabulce 3 zohledněna čísla v závorkách u jednotlivých časů. Číslo v kulatých závorkách a bez znaménka značí, kolik minut z uvedeného času trvalo impedanční přizpůsobování (po tuto dobu byl odražený výkon obvykle výrazně vyšší než hodnota uvedená v tabulce). Číslo v hranatých závorkách a se znaménkem plus značí, o kolik minut byla předpokládaná doba naprašování prodloužena (zpravidla kvůli zapnutí časomíry až po nějaké době nastavování, či kvůli opožděnému ukončení depozice).

Tab. 3: Parametry sledované u naprašovaných vzorků

Označení	$p_V$ [mPa]	$p_{Ar}$ [Pa]	$P_F$ [W]	$P_R$ [W]	$P_{\check{c}}$ [W]	$t$ [min]
16	3,0	2	54	4	50	25 (7)
17	2,9	2	54	4	50	25 (6)
18	3,0	2	54	4	50	25 (4)
13	3,0	2	76	6	70	10
14	3,0	2	76	6	70	10 (5)
15	3,0	2	76	6	70	10 (3)
1	3,0	2	76	6	70	15 [+2]
2	2,7	2	76	6	70	15
19	3,0	2	76	6	70	15 (6)
6	2,8	2	78	8	70	25
7	2,9	2	79	9	70	25
8	2,4	2	102	12	90	5 [+1]
9	3,0	2	102	12	90	5
10	3,0	2	102	12	90	5
3	3,0	2	100	10	90	10 (3) [+1]
4	3,0	2	106	16	90	10 [+1]
5	3,0	2	105	15	90	10

Označení	$p_V$ [mPa]	$p_{Ar}$ [Pa]	$P_F$ [W]	$P_R$ [W]	$P_C$ [W]	$t$ [min]
11	2,8	2	102	12	90	15 (2) [+2]
12	3,0	2	98	8	90	15
20	3,0	2	98	8	90	15

#### 5.4.2 Změřené vlastnosti

V tabulce 4 níže jsou uvedeny hodnoty elektrického odporu naměřené pro jednotlivé naprášené vzorky. Pro pohodlnější hodnocení je u označení v závorce připsán čistý naprašovací výkon ve wattech a předpokládaný čas depozice v minutách (stejného značení bude užito i u tabulky 5). Indexy 1 až 5 značí číslo měření, v předposledním sloupci (bez indexu) je uveden aritmetický průměr předchozích pěti hodnot a ve sloupci posledním pak odpor na čtverec, vypočtený dle následujícího vzorce:

$$R_{sq} = R \frac{w}{l}, \quad (2)$$

kde  $w$  je šířka deponovaného proužku a  $l$  je jeho délka. Šířka je konstantní a činí již dříve zmíněných 5 mm. Délka celého proužku je sice 50 mm, avšak odpor byl měřen na úseku zmenšeném o krajní, špatně deponované oblasti. Tato redukovaná délka činí přibližně 45 mm a bude použita pro výpočet odporu na čtverec dle vzorce (2).

Tab. 4: Změřené hodnoty odporů naprášených vzorků, jejich zprůměrovaná hodnota a vypočtený odpor na čtverec, pakliže  $\frac{w}{l} = \frac{5}{45} = 0,111 = konst.$

Označení	$R_1$ [ $\Omega$ ]	$R_2$ [ $\Omega$ ]	$R_3$ [ $\Omega$ ]	$R_4$ [ $\Omega$ ]	$R_5$ [ $\Omega$ ]	$R$ [ $\Omega$ ]	$R_{sq}$ [ $\Omega$ ]
1 (70/15)	16,3	12,9	12,7	13,1	14,1	13,8	1,54
2 (70/15)	8,1	7,2	7,8	9,2	8,2	8,1	0,90
3 (90/10)	9,9	9,8	11,0	12,3	11,2	10,8	1,20
4 (90/10)	8,7	9,0	8,8	8,5	8,2	8,6	0,96
5 (90/10)	8,8	9,2	11,2	8,5	9,5	9,4	1,05
6 (70/25)	8,6	6,4	7,6	7,4	7,3	7,5	0,83
7 (70/25)	4,6	4,1	4,0	4,6	3,9	4,2	0,47

Označení	$R_1$ [Ω]	$R_2$ [Ω]	$R_3$ [Ω]	$R_4$ [Ω]	$R_5$ [Ω]	$R$ [Ω]	$R_{sq}$ [Ω]
8 (90/5)	35,2	36,0	31,4	41,0	35,6	35,8	3,98
9 (90/5)	26,1	28,7	26,7	29,1	27,0	27,5	3,06
10 (90/5)	30,2	29,6	31,3	28,2	33,0	30,5	3,38
11 (90/15)	8,0	6,7	7,3	6,8	7,3	7,2	0,80
12 (90/15)	5,0	6,4	5,8	5,7	6,1	5,8	0,64
13 (70/10)	26,3	22,2	21,9	20,2	22,7	22,7	2,52
14 (70/10)	116,3	117,2	123,7	125,5	120,6	120,7	13,41
15 (70/10)	22,0	27,3	23,7	25,0	24,2	24,4	2,72
16 (50/25)	28,7	32,8	36,5	36,3	36,8	34,2	3,80
17 (50/25)	21,6	19,1	20,2	20,3	24,3	21,1	2,34
18 (50/25)	23,2	21,0	17,6	18,7	20,1	20,1	2,24
19 (70/15)	37,4	33,7	35,3	34,4	33,6	34,9	3,88
20 (90/15)	6,6	9,7	7,6	6,8	8,4	7,8	0,87

Tabulka 5 níže uvádí naměřené tloušťky naprášených vrstev, a sice vždy uprostřed (index S) a na obou krajích. Kraje byly jen pro účely rozlišení označeny jako „horní“ (index H) a „dolní“ (index D). Poslední sloupec pak obsahuje předpokládanou průměrnou tloušťku vrstvy, určenou dle vzorce

$$h = \frac{\frac{h_H + h_S}{2} + \frac{h_S + h_D}{2}}{2} = \frac{2h_S + h_H + h_D}{4} \quad (3)$$

Vzorec (3) vychází z rozdělení měřené vrstvy na dva intervaly (definované třemi místy měření), přičemž pro oba intervaly je nejprve spočtena jejich průměrná tloušťka, načež jsou tyto dvě tloušťky spolu zprůměrovány. Takto spočtená průměrná tloušťka dává přesnější výsledek než použití obyčejného aritmetického průměru.

Tab. 5: Změřené tloušťky naprášených vzorků a z nich vyhodnocená průměrná tloušťka

Označení	$h_s$ [nm]	$h_H$ [nm]	$h_D$ [nm]	$h$ [nm]
1 (70/15)	242,0	190,0	136,0	202,5
2 (70/15)	129,0	169,0	155,0	145,5
3 (90/10)	175,0	103,0	226,0	169,8
4 (90/10)	196,0	63,3	79,8	133,8
5 (90/10)	149,0	80,9	88,5	116,9
6 (70/25)	320,0	293,0	201,0	283,5
7 (70/25)	345,0	226,0	312,0	307,0
8 (90/5)	132,0	43,0	138,0	111,3
9 (90/5)	181,0	116,0	91,1	142,3
10 (90/5)	125,0	127,0	91,8	117,2
11 (90/15)	346,0	335,0	112,0	284,8
12 (90/15)	271,0	115,0	236,0	223,3
13 (70/10)	202,0	63,5	62,8	132,6
14 (70/10)	84,9	67,8	75,6	78,3
15 (70/10)	136,0	123,0	104,0	124,8
16 (50/25)	101,0	178,0	76,1	114,0
17 (50/25)	177,0	96,5	194,0	161,1
18 (50/25)	267,0	176,0	214,0	231,0
19 (70/15)	35,5	31,4	49,4	38,0
20 (90/15)	314,0	132,0	176,0	234,0

## 5.5 Vzorky vytvořené napařováním

### 5.5.1 Parametry depozičního procesu

V tabulce 6 níže jsou uvedeny parametry sledované u přípravy vzorků napařováním, jichž je oproti naprašování podstatně méně - jedná se pouze o hloubku vakua vyjádřenou tlakem vzduchu v recipientu a o délku drátku použitého jako napařovaný materiál. Vzorky jsou označeny písmeny A až L, opět dle pořadí, v jakém byly vytvořeny, a jsou srovnány vzestupně podle použité délky drátku.

Tab. 6: Parametry sledované u napařovaných vzorků

Označení	$p_v$ [mPa]	$l_D$ [mm]
E	3,33	40
F	2,93	40
G	3,47	40
L	3,60	40
C	3,60	50
D	2,67	50
H	3,60	50
K	3,33	50
A	3,33	60
B	3,47	60
I	3,60	60
J	3,33	60



### 5.5.2 Změřené vlastnosti

Tabulka 7 níže udává naměřené hodnoty odporů pro jednotlivé napařené vzorky, jejich aritmetický průměr a nakonec spočtený odpor na čtverec. U označení je v závorce připsána délka použitého drátku v milimetrech (stejně tak je učiněno v tabulce 8), záhlaví tabulky užívá značení shodného s tabulkou odporů u naprašování.

Odpor na čtverec je opět vypočten podle vzorce (2), šířka proužku činí rovněž 5 mm, jedinou změnou je délka proužku, jež u napařených vzorků činí 67 mm. Napařené vrstvy na rozdíl od naprašovaných netrpí vadnými okraji s vysokým odporem, měření proto mohlo být prováděno od okraje k okraji proužku a uvedenou délku není třeba redukovat.

Tab. 7: Změřené hodnoty odporů napařených vzorků, jejich zprůměrovaná hodnota a vypočtený odpor na čtverec, pakliže  $\frac{w}{l} = \frac{5}{67} = 0,075 = konst.$

Označení	$R_1$ [ $\Omega$ ]	$R_2$ [ $\Omega$ ]	$R_3$ [ $\Omega$ ]	$R_4$ [ $\Omega$ ]	$R_5$ [ $\Omega$ ]	$R$ [ $\Omega$ ]	$R_{sq}$ [ $\Omega$ ]
A (60)	15,6	17,8	17,9	18,1	17,5	17,4	1,30
B (60)	6,7	6,7	7,0	7,4	7,3	7,0	0,52
C (50)	7,7	8,1	7,7	8,5	7,7	7,9	0,59
D (50)	7,5	7,5	7,7	8,0	7,5	7,6	0,57
E (40)	8,9	9,1	9,2	9,1	9,3	9,1	0,68
F (40)	8,3	8,4	9,0	8,4	8,4	8,5	0,63
G (40)	8,7	8,7	9,4	9,1	8,7	8,9	0,67
H (50)	6,2	6,3	6,5	6,2	6,2	6,3	0,47
I (60)	8,1	7,7	8,1	8,1	8,1	8,0	0,60
J (60)	9,9	9,2	9,0	9,1	9,1	9,3	0,69
K (50)	21,9	22,5	22,8	22,3	22,4	22,4	1,67
L (40)	10,0	9,8	9,8	9,8	9,7	9,8	0,73

V tabulce 8 níže jsou vypsány změřené tloušťky napařených vrstev a jejich průměr, opětovně vypočtený pomocí vzorce (3). Záhloví je shodné s tabulkou tlouštěk pro naprašování.

Tab. 8: Změřené tloušťky napařených vzorků a z nich vyhodnocená průměrná tloušťka

Označení	$h_S$ [nm]	$h_H$ [nm]	$h_D$ [nm]	$h$ [nm]
A (60)	77,3	40,6	22,1	54,3
B (60)	145,0	124,0	85,0	124,8
C (50)	169,0	174,0	101,0	153,3
D (50)	54,7	62,0	73,8	61,3
E (40)	138,0	92,4	114,0	120,6
F (40)	14,2	64,6	126,0	54,8
G (40)	82,4	78,4	15,8	64,8
H (50)	154,0	63,2	172,0	135,8
I (60)	104,0	96,4	134,0	109,6
J (60)	41,8	105,0	104,0	73,2
K (50)	128,0	9,9	46,6	78,1
L (40)	103,0	160,0	182,0	137,0

## 6. Vyhodnocení výsledků měření

### 6.1 Předpokládané výsledky

Na základě teoretických poznatků lze předpokládat dosažení určitých výsledků měření a pozorování vytvořených vzorků. Následuje tedy seznam několika předpokladů, jakých by teoreticky mělo být dosaženo.

- Stejně podmínky depozice (výkon, čas, délka drátku) vedou ke stejné podobě deponovaných vrstev (s jistou tolerancí).
- Napařené vrstvy mají strmé okraje, vrstvy naprášené mají okraje pozvolnější.
- Napařené vrstvy mají menší adhezi k substrátu než naprášené.
- Tenčí vrstvy vykazují vyšší hodnotu odporu na čtverec než ty silnější.

### 6.2 Dosažené výsledky

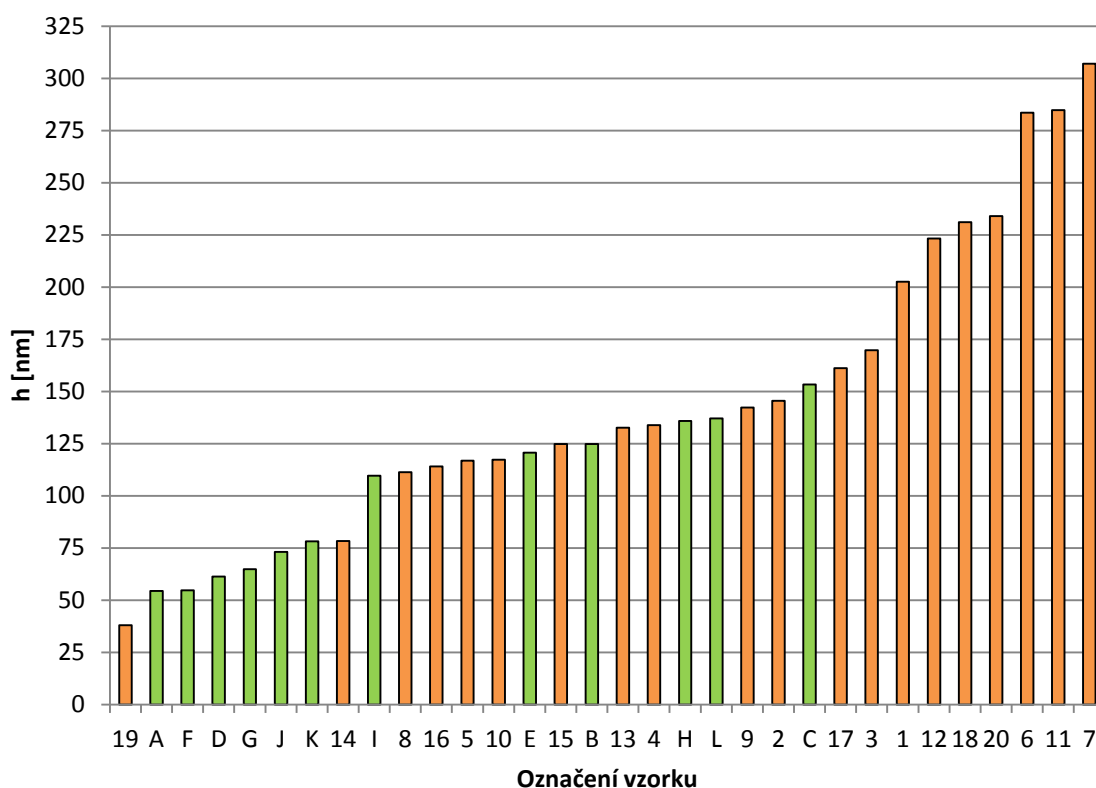
Výše uvedené předpoklady vycházejí z teorie, v praxi se však zpravidla uplatňuje řada faktorů, jejichž vliv může skutečnost od předpokladů odchýlit, a to i do poměrně značné míry. V následujícím textu budou podrobně popsány dosažené výsledky měření, včetně porovnání s dříve vyřčenými předpoklady. Důvody některých z případných rozporů mezi očekáváními a skutečností budou blíže rozebrány v části 6.3.

#### 6.2.1 Tloušťka vrstvy

Jednotlivé změřené tloušťky vytvořených vrstev, včetně vypočtené tloušťky průměrné, jsou uvedeny již v tabulkách 5 a 8. Pro možnost tyto hodnoty snadno vizuálně porovnat však byly převedeny do grafické podoby (graf 1 níže). Hodnoty jsou v grafu 1 seřazeny vzestupně a naprášené vzorky jsou od napařených barevně odlišeny. Jak lze snadno nahlédnout, většina napařených vzorků vykazuje nižší hodnoty tlouštěk, ta nejvyšší lehce převyšující 150 nm. Některé ze vzorků naprášených vykazují hodnoty srovnatelné s napařenými, vzorek 19 zaujímá dokonce pozici s vůbec nejnižší zjištěnou průměrnou tloušťkou. Je však patrné, že naprášené vrstvy dominují v oblasti větších tlouštěk. Tento fakt není příliš překvapivý vzhledem k podstatě obou depozičních metod. Napařené vzorky jsou omezeny objemem odpařovaného drátku (rovněž objemem lodičky, z níž je drátek odpařován) a mohou mít pouze určitou hraniční tloušťku. Oproti tomu naprášené vzorky takové omezení nemají, neboť jejich tloušťka je dána použitým výkonem a dobou depozice, kteréžto parametry lze libovolně měnit v dosti širokém pásmu. Naopak je naprašování zdola omezeno skutečností, že příliš nízký výkon či krátká depoziční doba nemusí být dostačující k úspěšnému vytvoření kvalitní vrstvy.

Graf 1: Průměrná tloušťka jednotlivých vzorků, seřazeno vzestupně

## Naprášené vzorky, napařené vzorky



<b>19</b>	<b>A</b>	<b>F</b>	<b>D</b>	<b>G</b>	<b>J</b>	<b>K</b>	<b>14</b>	<b>I</b>	<b>8</b>	<b>16</b>	<b>5</b>	<b>10</b>	<b>E</b>	<b>15</b>	<b>B</b>
$^{70}_{/15}$	60	40	50	40	60	50	$^{70}_{/10}$	60	$^{90}_{/5}$	$^{50}_{/25}$	$^{90}_{/10}$	$^{90}_{/5}$	40	$^{70}_{/10}$	60
<b>13</b>	<b>4</b>	<b>H</b>	<b>L</b>	<b>9</b>	<b>2</b>	<b>C</b>	<b>17</b>	<b>3</b>	<b>1</b>	<b>12</b>	<b>18</b>	<b>20</b>	<b>6</b>	<b>11</b>	<b>7</b>
$^{70}_{/10}$	$^{90}_{/10}$	50	40	$^{90}_{/5}$	$^{70}_{/15}$	50	$^{50}_{/25}$	$^{90}_{/10}$	$^{70}_{/15}$	$^{90}_{/15}$	$^{50}_{/25}$	$^{90}_{/15}$	$^{70}_{/25}$	$^{90}_{/15}$	$^{70}_{/25}$

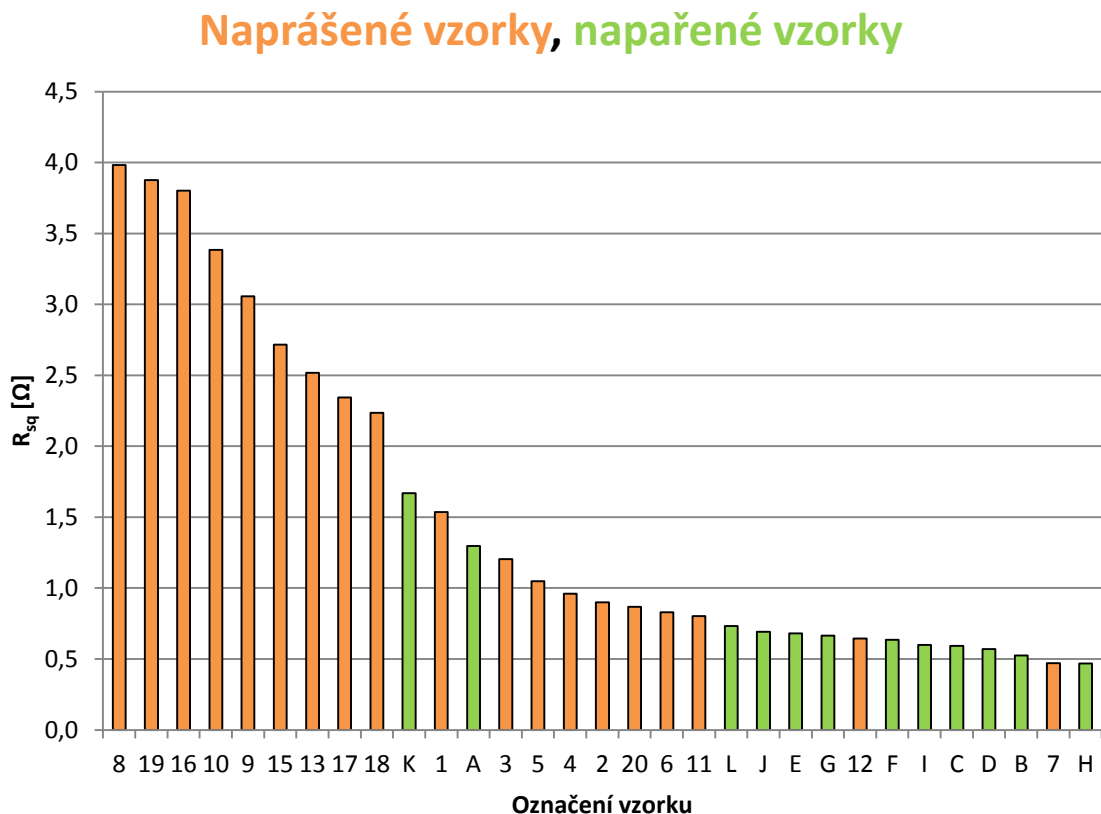
Graf 1 rovněž ilustruje, jak výrazně se od sebe mohou lišit vzorky s teoreticky stejnými parametry, pakliže dojde k nějaké, byť relativně malé změně. Kupříkladu napařené vzorky A, B, I a J byly všechny vytvořeny odpařením drátku o délce 60 mm, tloušťka výsledné vrstvy se však pohybuje od přibližně 50 nm u vzorku A do 125 nm u vzorku B. Velký vliv zde sehrává manuálně nastavovaná rychlost ohřívání drátku i stav samotné lodičky, která byla zrovna u vzorku A již nemálo opotřebovaná, což se projevilo jejím přetavením ke konci depozice. Z naprašovaných vrstev je nasnadě například trojice vzorků 1, 2 a 19, vytvářených při výkonu 70 W po dobu 15 minut. Rozdíl v tloušťce vzorků 1 a 2 činí zhruba 60 nm, což v tomto případě bylo jistě do značné míry zapříčiněno tím, že vzorek 1 byl oproti plánovaným 15 minutám deponován o 2 minuty déle. Vzorek 19 se však se svými 38 nm od zbylých dvou evidentně výrazně odlišuje; dokonce natolik, že u něj byla zjištěna nejmenší průměrná tloušťka ze všech vzorků. Svou roli zde nepochybně sehrává fakt, že při depozici vzorku

19 probíhalo impedanční přizpůsobování po dobu 6 minut, tedy po 40 % celkové doby naprašování - po tuto dobu poměr celkového a odraženého výkonu namísto uvedených 76/6 W činil asi 100/30 W. Zásadnější roli by ovšem v tomto konkrétním případě mohla sehrávat výrazná nerovnost substrátu, jejíž vliv bude více diskutován později. Naměřená tloušťka vzorku 19 by pak byla zkreslena touto nerovností a neodpovídala by tloušťce skutečné, jež by přitom mohla být podobná hodnotám vzorků 1 a 2. Jelikož uvedených 38 nm je při srovnání s ostatními naprášenými vzorky vskutku enormně nízkou hodnotou, lze tuto možnost považovat za vcelku pravděpodobnou.

## 6.2.2 Odpor na čtverec

Stejně jako v případě tlouštěk, i odpory na čtverec byly pro větší přehlednost převedeny do grafické podoby (graf 2). Barevné rozlišení bylo zachováno, vzorky byly pouze seřazeny obráceně, tedy sestupně - důvodem je teoretický předpoklad, že odpor na čtverec se mění nepřímo úměrně s tloušťkou. Ve výsledku by tak ideálně měly být vzorky v grafech 1 a 2 seřazeny v přibližně stejném pořadí. Jelikož odpor vzorku 14 je několikanásobně větší než u všech ostatních, byl z grafu záměrně vynechán, neboť by jinak u ostatních vzorků nebyly rozdíly v odporech tak dobře patrné. V grafu 2 by vzorek 14 zaujímal první pozici a dosahoval hodnoty 13,41  $\Omega$ .

Graf 2: Odpor na čtverec jednotlivých vzorků, seřazeno sestupně



<b>14</b>	<b>8</b>	<b>19</b>	<b>16</b>	<b>10</b>	<b>9</b>	<b>15</b>	<b>13</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>K</b>	<b>1</b>	<b>A</b>	<b>3</b>	<b>5</b>	<b>4</b>
$70/10$	$90/5$	$70/15$	$50/25$	$90/5$	$90/5$	$70/10$	$70/10$	$50/25$	$50/25$	50	$70/15$	60	$90/10$	$90/10$	$90/10$
<b>2</b>	<b>20</b>	<b>6</b>	<b>11</b>	<b>L</b>	<b>J</b>	<b>E</b>	<b>G</b>	<b>12</b>	<b>F</b>	<b>I</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>B</b>	<b>7</b>	<b>H</b>
$70/15$	$90/15$	$70/25$	$90/15$	40	60	40	40	$90/15$	40	60	50	50	60	$70/25$	50

Vzdor očekáváním si pořadí vzorků v grafech 1 a 2 vůbec neodpovídají - vyšších hodnot odporu na čtverec je povětšinou dosahováno u vrstev naprášených, které přitom inklinovaly k tloušťkám větším či alespoň srovnatelným s těmi nejsilnějšími napařenými vrstvami. Při důkladnějším pohledu si však lze povšimnout, že většina naprášených vzorků z počáteční oblasti vyššího odporu na čtverec, to jest od vzorku 8 až po 18 (dle pořadí v grafu 2), vykazuje spíše menší či středně velké tloušťky oproti ostatním naprášeným vrstvám. Odpory na čtverec zbylých naprášených vzorků, od 1 po 7, jsou již lépe srovnatelné s odpory vzorků napařených, přičemž velká část z těchto naprášených vrstev dosahuje těch nejvyšších tlouštěk.

Za zdánlivou neplatností nepřímou úměrného vztahu mezi tloušťkou a odporem může u některých vzorků stát již zmíněná možnost chybně či nedostatečně přesně naměřené tloušťky v důsledku zakřivení podložky. Nejpravděpodobnějším se však jeví být vliv rovněž dříve zmíněných defektních okrajových oblastí, vyskytujících se výhradně u naprášených vrstev. Na obrázku 6 níže je fotografie jednoho z naprášených vzorků, na němž jsou tyto oblasti jasně patrné.



Obr. 6: Fotografie vzorku 6 vytvořeného naprášením

Tyto tmavé, málo deponované oblasti vznikají především v důsledku toho, že substrát je v případě naprašování bombardován částicemi terče pod různými úhly. Pokud je mezi substrátem a maskou i malá mezera, může do ní občas nějaká z odprášených částic, dopadne-li pod vhodným úhlem, proniknout, čímž dochází k depozici i mimo vytyčený motiv, který tak v případě výše vyobrazeného proužku může být o něco delší či širší než předpokládané rozměry. Vzhledem k náhodnosti úhlů dopadu naprašovaných částic jich statisticky vzato dopadne nejvíce na prostředek

motivů a na okraje naopak méně, což vysvětluje i pozvolný nárůst naprášené vrstvy oproti strmému u napařených. Pokud je navíc maska dostatečně silná (což byla i v tomto případě, přestože se jednalo pouze o 1 mm tenká sklíčka), může na okrajích fakticky odstínit část dopadajících částic. Co více, tento efekt je ještě zesilován vlivem magnetického pole magnetronu [16].

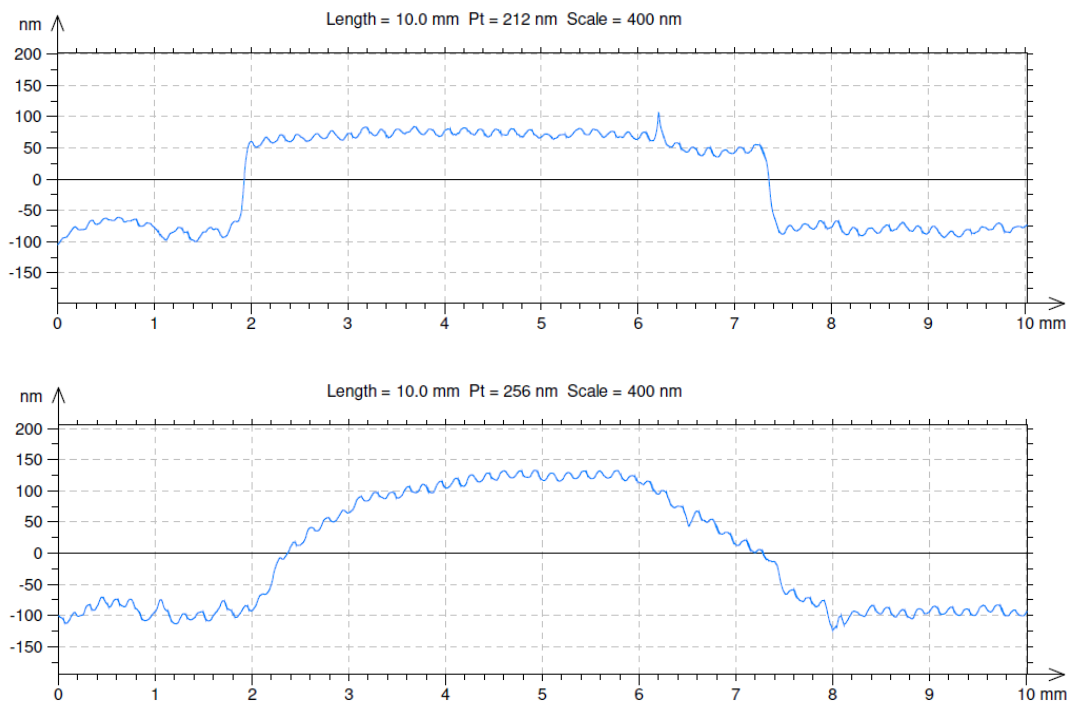
Jak lze na obrázku 6 vidět, přechody mezi defektními okraji a dobře naprášenou vrstvou jsou pozvolné a jednoznačnou hranici, odkud již lze vrstvu považovat za dobrou, v podstatě nelze stanovit. Tloušťky i odpory vzorků byly měřeny v místech vizuálně zvolených tak, aby se nejednalo o tyto tmavé oblasti, což však nemusí znamenat, že se již jednalo o zcela správně deponovanou část vzorku. Nabízí se proto opodstatněná myšlenka, že odpory na čtverec naprášených vzorků jsou v grafu 2 „posunuté“ k vyšším hodnotám vlivem částečného zahrnutí defektních okrajů, i přes snahu se tomu při měření vyhnout. Za nesouladem grafů 1 a 2 může samozřejmě stát více faktorů, vliv okrajů s vysokým odporem se však zdá být tím nejprominentnějším. Jestliže by tomu tak skutečně bylo, naprášené vzorky by v grafu 2 měly být posunuty o několik pozic doprava - pak by si pořadí vzorků v obou grafech přibližně odpovídala a potvrdila by se tak i experimentálně platnost předpokladu o nepřímé úměře mezi tloušťkou vrstvy a odporem na čtverec.

### 6.2.3 Profil vrstvy

V případě profilu vytvořených vrstev se předpoklad strmých okrajů napařených vzorků a pozvolnějších okrajů naprášených vzorků jednoznačně potvrdil. Obrázek 7 níže tento fakt názorně ilustruje. Stejně tak je na první pohled vidět, že tloušťka napařené vrstvy se přes celou šířku proužku téměř nemění a povrch je přibližně rovný. Průřez napařeného vzorku B na obrázku by ve skutečnosti bylo možno poměrně přesně aproximovat obdélníkem. Naproti tomu profil naprášené vrstvy svým průběhem připomíná oblouk - pozvolna se zvyšuje až do maxima uprostřed proužku, odkud opětovně klesá k podložce. Některé z naprášených vzorků vykazovaly strmější okraje než níže vyobrazený vzorek 9, zakřivený průběh profilu však byl společný všem.

Čeho si lze na obrázku 7 rovněž povšimnout je šířka proužku (horizontální osa). Zobrazená šířka může být mírně zkreslena tím, že daný vzorek se (vzhledem k nastavení „od oka“) nemuselo povést změřit zcela kolmo k podélné ose proužku, což by mohl být případ zrovna vyobrazeného profilu vzorku B, jehož šířka je ukázána jako 5,5 mm. U napařených vzorků totiž není žádný pádný důvod k tomu, aby byly širší oproti předpokladům. Přesto však lze usuzovat, že zobrazená šířka 6 mm (oproti teoretickým pěti) u vzorku 9 je více než jen nepřesností měření. Zřejmě se jedná

o názornou ukázkou jevu popsaného v části 6.2.2, kdy některé částice dopadají pod okraj masky a deponují tak motiv i za stanovenými hranicemi. Proužek je tak širší, než jaký by měl být.



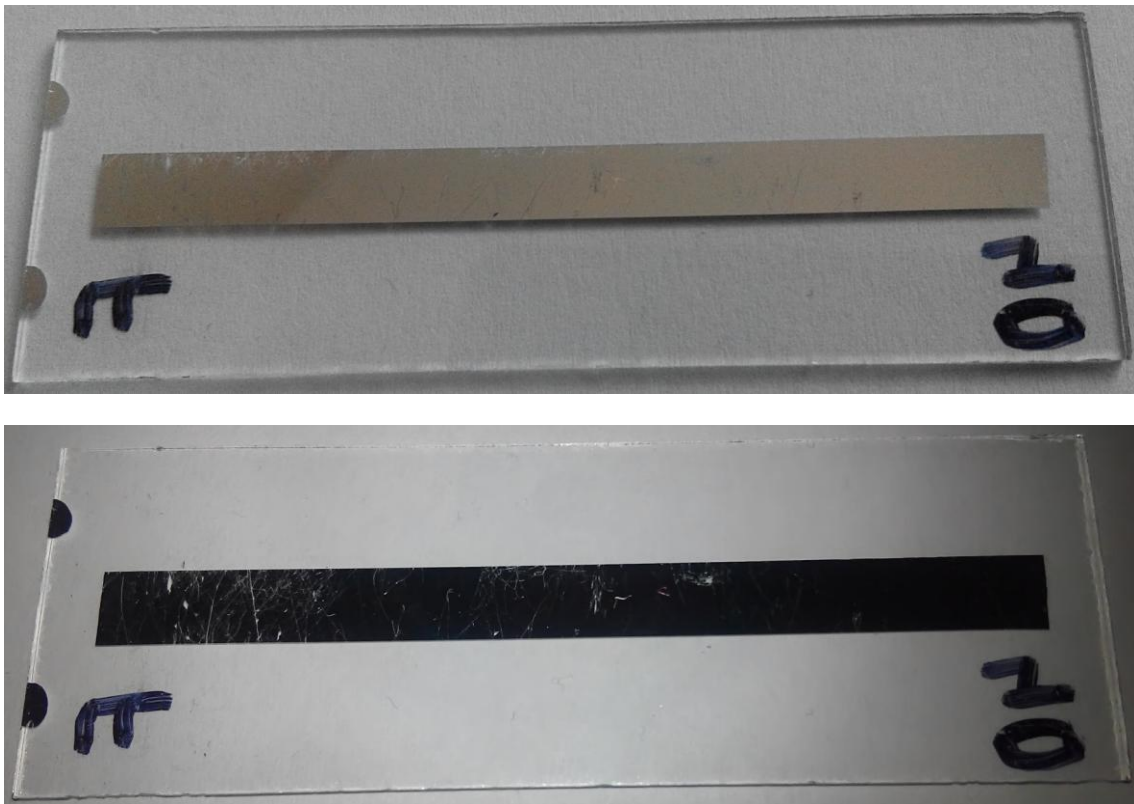
Obr. 7: Zobrazení profilu vrstvy v programu *TalyProfile Gold*;  
nahore vrstva napařená (vzorek B), dole vrstva naprášená (vzorek 9)

#### 6.2.4 Adheze vrstvy k substrátu

Adheze jako taková předmětem měření nebyla. Jasný rozdíl mezi napařováním a naprašováním se ovšem v tomto případě projevil jako vedlejší efekt měření odporu i skladování vytvořených vzorků. Měřicí hroty multimetru byly totiž dostatečně ostré na to, aby pouhým jejich přiložením k napařeným vzorkům za účelem změření odporu došlo k poškrábání vrstvy v podstatě až na úroveň substrátu. Ani při snaze používat co nejmenší přitlačnou sílu hrotů ke vzorku se nedalo tomuto efektu zcela vyhnout. Naproti tomu naprášené vzorky nevykazovaly sebemenší známky poškození bez ohledu na tlak hrotů. Ještě výrazněji se ovšem slabá adheze napařených vrstev projevila při jejich skladování a přenášení - vzorky byly skladovány v uzavíratelné plastové krabičce, do níž byly pokládány ve dvou řadách na sebe. Jednotlivé vzorky se tak o sebe mohly třít, především při přenášení celé krabičky. Ty naprášené opět nevykazovaly pražádné známky poškození, některé z napařených byly ovšem poškozeny vskutku značně, viz obrázek 8 níže. Zde je nutno podotknout, že veškerá měření byla na vzorcích prováděna předtím, že byly takto poškozeny. Jediným případem, kdy mohlo mít



narušení vrstvy alespoň nějaký vliv na měření, bylo při samotném měření odporu, vzhledem k opakovanému měření vzorků a velmi podobným hodnotám jednotlivých měření daného vzorku však lze tento případný vliv považovat za zcela zanedbatelný.



Obr. 8: Fotografie vzorku F vytvořeného napařováním. Rýhy na hliníkovém proužku ukazují poškození vzniklé vzájemným třením vzorků při jejich uskladnění. Horní fotografie je pořízena za čistého denního světla, dolní fotografie za přispění blesku fotoaparátu pro lepší viditelnost některých rýh na vzorku (na fotografii nejsou vidět všechny).

### 6.3 Možné zdroje chyb a nepřesností

Příprava vzorků i jejich následná měření byly zatíženy určitými vlivy, jež mohly mít na svědomí větší či menší nepřesnosti a ovlivnit tak výsledky zjišťovaných veličin. Nejedná se o nedbalý přístup; tyto těžko odstranitelné vlivy zpravidla vycházejí ze samotných metod vytváření vzorků a k tomu použitých prostředků a materiálů. Je třeba mít na paměti, že napařovací i napařovací zařízení, použitá k přípravě tenkovrstvých struktur, slouží akademickým účelům a nejsou uzpůsobena ke zcela precizní přípravě tenkých vrstev, jaká je dnes vyžadována v průmyslu či vědeckém výzkumu.

### 6.3.1 Proces naprašování

Zdaleka největším problémem depozice naprašování bylo již dříve zmíněné impedanční přizpůsobování plasmatického výboje a katody. Tento proces mohl trvat i několik minut, během nichž bylo třeba pravidelně zkoušet úpravy kapacity a napětí výboje s cílem postupného snižování odraženého výkonu. Naprašovací zařízení umožňuje i automatický režim impedančního přizpůsobení, ten však nezřídka vedl k horším výsledkům než režim manuálního ladění. S tímto je spojena i nejednoznačnost okamžiku, od něhož začít měřit dobu depozice - pakliže je zamýšleno naprašovat výkonem 90 W po dobu 10 minut, přičemž přizpůsobování trvá 3 minuty, je otázkou, zda tuto dobu zahrnout do celkové depoziční doby (jako tomu bylo v případě této práce), či začít odměřovat čas až po ustálení odraženého výkonu. V každém případě jsou pak vzhled a vlastnosti naprašované vrstvy určeny tím, jak dlouho bylo třeba výkon ladit. I pro stejné nastavované parametry je tak možno dosáhnout vrstev o různé tloušťce, různém odporu, různé hrubosti povrchu či různém rozsahu defektních okrajů.

Za minoritní nepřesnost lze považovat i umístování držáku se substrátem do naprašovací komory, přičemž rovnoběžnost substrátu s terčem byla posuzována pouze pohledem, „od oka“. Jestliže není substrát umístěn přesně a rovnoběžně nad terčem, na vytvořenou vrstvu to jistě může mít neblahý vliv; přesto jej lze oproti problémům s impedančním přizpůsobením brát za nepříliš významný.

### 6.3.2 Proces napařování

Výhodou napařování je absence tak význačného problému, jakým byl u naprašování odražený výkon. Nepřesnosti při tomto procesu vycházely především z přirozené nedokonalosti lidských reakcí. Pro zahřívání lodičky, a tedy i hliníkového drátku, bylo třeba přivést na ni napětí manuálním otočením příslušného ovládacího prvku napařovacího zařízení - nejprve asi 40 V pro předehřátí a následně asi 60 V pro odpaření drátku. Potíž je ve velmi vysoké pravděpodobnosti, že při přípravě jednotlivých vzorků se od sebe budou do jisté míry lišit jak rychlost, jakou obsluha zvýšila napětí na požadovanou úroveň, tak i doba, po jakou bylo toto napětí na lodičce ponecháno. I malý rozdíl může vést k rozdílným podmínkám uvnitř recipientu. Jediným skutečně efektivním řešením by zde byla automatizace tohoto procesu, čili využití novějšího napařovacího zařízení, které ji bude umožňovat, což v tomto případě samozřejmě nebylo možné.

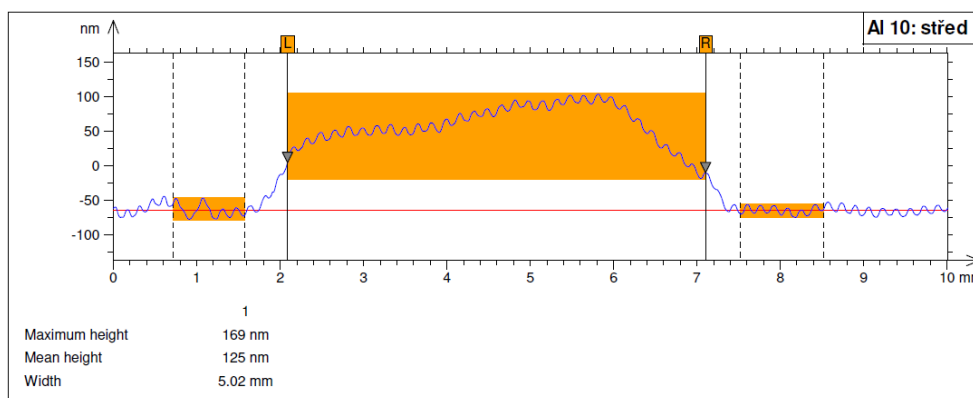
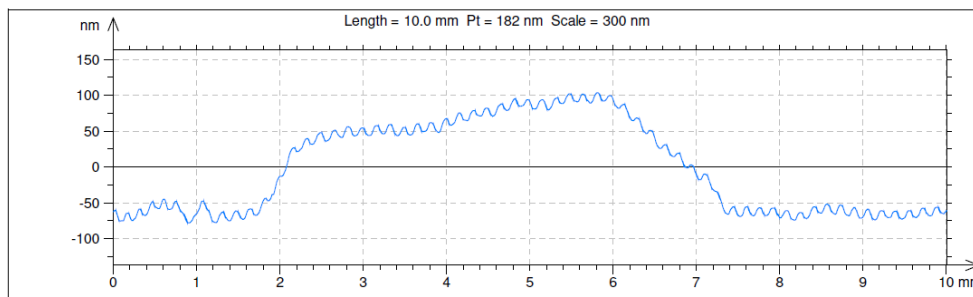
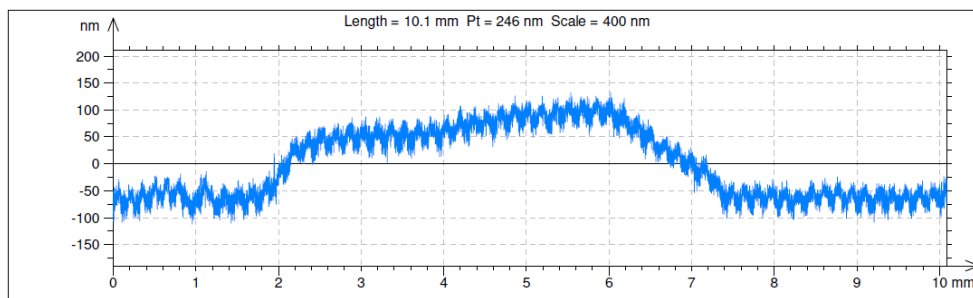
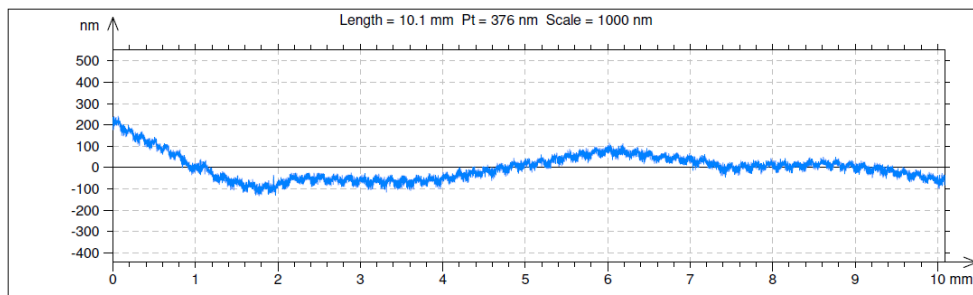
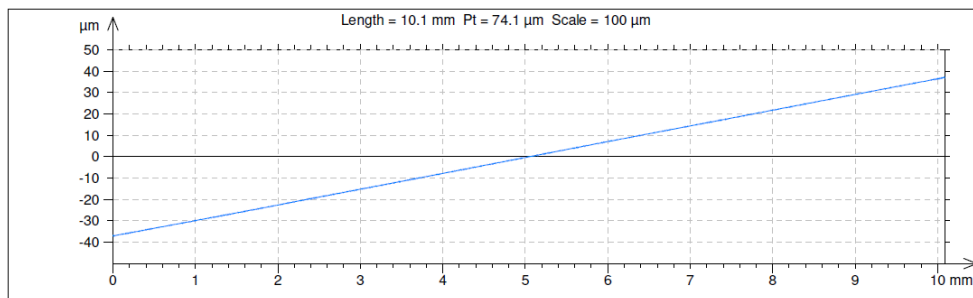
Druhým z potenciálních problémů napařování je samotná lodička, zde ve formě wolframové spirálky. Roztavený hliník nejprve spirálu obalí, načež se začne odpařovat. Část hliníku však může zůstat na lodičce uchycena, což se s každým provedeným napařením do nějaké míry opakuje a spirála je tak „kontaminována“ pevně přichycenou vrstvičkou hliníku, což nepříznivě ovlivňuje její vlastnosti. Jak se ostatně stalo při přípravě vzorku A, může pak dojít k přetavení lodičky. Patrně ještě horší

možností kontaminace lodičky je utvoření hliníkové kapky na jejím okraji. Pokud není odpařovaný drátek zahříván dostatečně rovnoměrně, může jeho krajní část namísto nabalení na lodičku jen utvořit kapku na drátku lodičky mimo spirálu. Jelikož lodička se zahřívá především na své spirálovité části, není tato kapka při další depozici zahřáta dostatečně na to, aby se odpařila, a naopak se na ni spíše nabalí další část odpařovaného drátku. Ve výsledku tak dochází k tomu, že část drátku určeného k odpaření zůstane nevyužita ve formě kapky na lodičce a vytvořená vrstva je pak tenčí, než jakou by měla být. Přesně k tomuto jevu došlo u napařovaných vzorků J a K, protože druhý jmenovaný má v důsledku toho zdaleka nejvyšší elektrický odpor ze všech napařených vzorků (s výjimkou podobných hodnot vzorku A s přetavenou lodičkou). Pro vzorek L pak byla vzata lodička nová. Nejlepším (a v případě zničené lodičky i jediným) řešením je vzít lodičku novou; hliníkovou kapku je případně možno se pokusit odstranit dlouhodobějším, pozvolným ohříváním prázdné lodičky.

### 6.3.3 Rovinnost substrátu

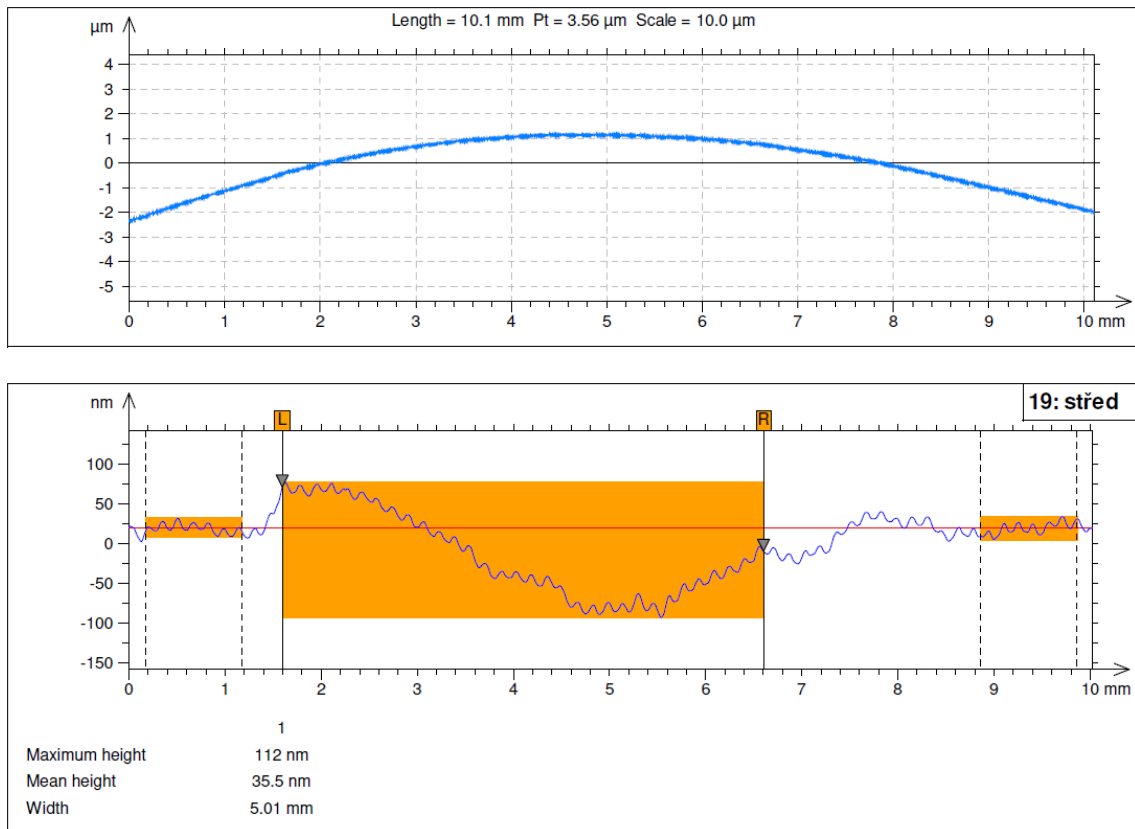
Patrně největším zdrojem nepřesností a někdy i vysloveně nesmyslných výsledků měření byly samotné skleněné substráty, na něž byly vrstvy deponovány. Ty totiž v menší či větší míře vykazovaly zakřivenost povrchu. Ačkoli na pohled jsou všechny použité skleněné destičky zcela rovné, z pohledu tenké vrstvy o tloušťce pár set nanometrů je i zakřivení v řádu desetin mikrometru opravdu výrazným. Zakřivení podložek mohlo sice vyvolat nepřesnosti již při samotné depozici, mnohem větší roli však sehrávalo při následném měření profilu a tloušťky. Pro lepší představu bude s pomocí obrázku 9 níže vysvětlen princip vyhodnocování naměřených profilů.

První rámeček obsahuje výstup ze softwaru měřicího zařízení *Talysurf*; jak vidno, k posuzování profilu či tloušťky je tento obrázek zcela nevhodný. Proto se provede operace vyrovnání, jejímž výsledkem je zobrazení profilu tak, jak jej zařízení naměřilo (druhý rámeček). V tomto případě je již rozpoznatelné, kde se vrstva nachází (což zdaleka neplatilo pro všechny vzorky), avšak pro jakékoli vyhodnocování je obrázek stále nevyhovující. Následuje tedy operace odfiltrování křivosti podložky, jejíž výsledek je k nahlédnutí ve třetím rámečku. Rozdíl mezi druhým a třetím průběhem je opravdu značný a jen dokládá zakřivenost použitých podložek. Ze třetího průběhu je pro zvýšení přesnosti odfiltrován šum, čímž vznikne průběh ve čtvrtém rámečku - ten již je vhodným k měření tloušťky, jež je vyobrazeno v pátém rámečku. K tomuto účelu bylo užito měření s pomocí dvou referencí - před i za vrstvou se umístí po jedné referenci (malé oranžové obdélníky), které aproximují podložku přímkou. Na samotné vrstvě se pak určí měřená oblast (velký oranžový obdélník), jež se porovnává s referenční přímkou a určuje se tak výška této oblasti nad podložkou. Průměrná hodnota (*mean height*) je pak považována za průměrnou tloušťku daného úseku vrstvy.



Obr. 9: Zobrazení profilu vrstvy vzorku 10 v programu *TalyProfile Gold*; postup vyhodnocování profilu a tloušťky

Ačkoli program *TalyProfile Gold* je vybaven funkcemi pro odfiltrování vlivu zakřivené podložky, v případě některých použitých podložek se jednalo o takovou míru křivosti, že ji ani tento nástroj nedokázal zcela potlačit. Výsledkem pak mohla být i tak absurdní situace, že vyobrazený profil vrstvy nevystupoval nad podložku, nýbrž zasahoval do ní. Názornou ilustraci této varianty ukazuje obrázek 10 níže.



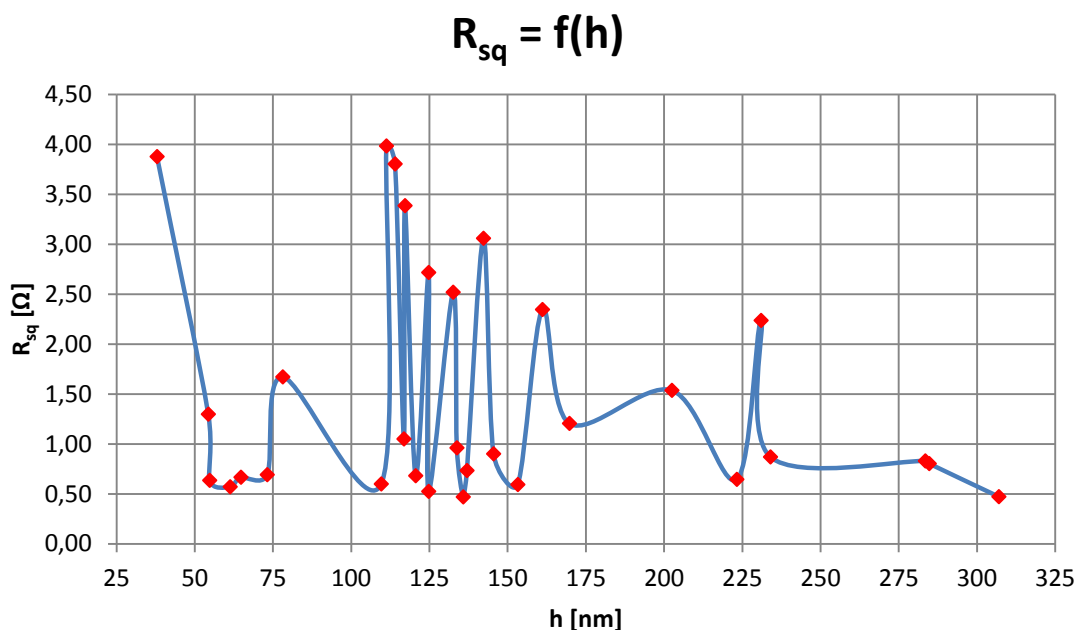
Obr. 10: Zobrazení profilu naprášeného vzorku 19 v programu *TalyProfile Gold*; nahoře před odfiltrováním křivosti, dole po odfiltrování při měření tloušťky

V horním rámečku obrázku 10 je vyobrazení profilu před odfiltrováním zakřivení podložky - je evidentní, že odsud není možno poznat, kde vrstva začíná a kde končí, či zda vůbec nějaká na změřeném úseku je. Spodní rámeček pak ukazuje průběh po odfiltrování křivosti, který evokuje dojem, že naprášená vrstva zčásti leží na podložce a zčásti do ní naopak proniká, což samozřejmě není možné. Zobrazená střední tloušťka 35,5 nm je tak zjevně nesprávnou hodnotou, neboť vychází z výše zmíněného chybného dojmu. Pakliže je tloušťka naměřena špatně, nelze se příliš divit tomu, že u daného vzorku si neodpovídají tloušťka s odporem. Když se navíc připočte vliv nedostatečně deponovaných okrajů na hodnotu odporu, tento nesoulad se ještě více prohloubí.

## 6.4 Závěr

Jelikož sledovanými vlastnostmi u vytvářených vzorků byly tloušťka a elektrický odpor, výstupem této práce by patrně mělo být vyhodnocení korelace mezi oběma veličinami a následné porovnání s předpokladem. Vzhledem k výše popsaným nepřesnostem je však zřejmé, že výsledky, zdánlivě popírající předpoklady, takto interpretovat nelze. Jen pro ilustraci je níže zobrazen graf 3, vykreslující naměřenou závislost mezi tloušťkou tenké vrstvy a odporem na čtverec (opět bez započteného vzorku 14). Mělo by se jednat o klesající funkci, výsledek však budí dojem něčeho zcela náhodného, jako by spolu tloušťka s odporem ani vůbec nesouvisely.

Graf 3: Závislost změřených hodnot odporu na čtverec na tloušťce vytvořených vzorků



Mnohem důležitějším závěrem této práce je proto jednoznačné potvrzení skutečnosti, že obor tenkých vrstev vyžaduje vskutku nesmírnou preciznost. Na rozdíl od objemových materiálů zde záleží takřka na každém atomu a k negativnímu ovlivnění vytvářené vrstvy stačí i velmi málo.

Bylo prokázáno, že pro dosažení stejného výsledku nestačí pouze nastavit stejné parametry, nýbrž je zapotřebí zajistit i shodu mnoha dalších okolností, jako je kupříkladu rychlost změny těchto parametrů (impedanční přizpůsobení u napařování, zahřívání lodičky u napařování). I drobné odchylky mohou vést k poměrně výraznému nesouladu, což je jistě akceptovatelné v rámci výuky na akademické půdě, leč jde o něco zcela nepřijatelného v průmyslové výrobě či seriózním vědeckém výzkumu. Lze si jen sotva představit, že by dnes byly tenké vrstvy tak hojně využívány, pakliže by jejich příprava byla zatížena takovými chybami a nepřesnostmi jako vzorky připravené v rámci této práce.

Rovněž se jasně ukázalo, jak důležitou roli sehrávají substráty, na něž jsou tenké vrstvy deponovány. Zajistit je třeba nejen jejich stejné teplotní koeficienty, nýbrž i rovinnost substrátu a precizně opracovaný a očištěný povrch. Zcela se potvrdil teoretický poznatek o tom, že vrstva se substrátem spoluutvářejí jeden celistvý systém, jehož obě části se navzájem silně ovlivňují. Uvažovat o tenké vrstvě samotné je nesmyslné, neboť musí být vždy nanesena na nějakém povrchu. Nehledě na depoziční metodu, deponovaná vrstva nemůže být nikdy kvalitnější než substrát, na němž je vytvořena. Stejně tak nevhodnou depozici nelze zachránit ani tím nejlepším substrátem. Toto propojení je nezbytné mít vždy na paměti.

Existuje bezpočet dalších vlastností, jež lze u tenkých vrstev zkoumat - od magnetických a dielektrických, přes optické až po stárnutí a vliv prostředí. Není v možnostech bakalářské práce toto vše postihnout, a jak bylo napsáno v úvodu, výsledkem je spíše jen úvod do celé problematiky a uvedení naprostých základů, co se tenkých vrstev týče. Zřejmě nejdůležitějším výstupem této práce je však praktické ověření skutečnosti, že k tenkým vrstvám je nutno přistupovat zcela odlišně od objemových materiálů. Preciznost je naprosto klíčová, což s sebou přináší nemalé nároky, jež musejí být zohledněny.

## 7. Seznam použité literatury

- [1] OHRING, Milton. *Materials science of thin films: deposition and structure*. 2nd ed. San Diego, CA: Academic Press, 2002.
- [2] MATTOX, D. M. *The foundations of vacuum coating technology*. Norwich, N.Y.: Noyes Publications/William Andrew Pub., c2003. ISBN 0815514956.
- [3] KOBLÍŽEK, Vilém. *Vytváření tenkých vrstev ve vakuu* [návod k laboratorní úloze] [online]. Praha: ČVUT v Praze [cit. 2018-02-04]. Dostupné z:  
[http://martin2.feld.cvut.cz/~koblizek/X13TEP\\_soubory/uloha\\_9.pdf](http://martin2.feld.cvut.cz/~koblizek/X13TEP_soubory/uloha_9.pdf) a  
[http://martin2.feld.cvut.cz/~koblizek/A1B13VST-lab\\_soubory/uloha\\_6.pdf](http://martin2.feld.cvut.cz/~koblizek/A1B13VST-lab_soubory/uloha_6.pdf)
- [4] MACH, Pavel. *Tenké vrstvy* [přednáška] [online]. Praha: ČVUT v Praze [cit. 2018-02-04]. Dostupné z:  
[https://moodle.fel.cvut.cz/pluginfile.php/34504/mod\\_resource/content/1/Tenke\\_vrstvy.pdf](https://moodle.fel.cvut.cz/pluginfile.php/34504/mod_resource/content/1/Tenke_vrstvy.pdf) a  
[https://moodle.fel.cvut.cz/pluginfile.php/34506/mod\\_resource/content/1/Naprasovani.pdf](https://moodle.fel.cvut.cz/pluginfile.php/34506/mod_resource/content/1/Naprasovani.pdf)
- [5] ONDRÁČEK, Michal. *Tvorba motivů tenkovrstvými metodami*. Brno, 2014. Dostupné také z:  
<https://dspace.vutbr.cz/xmlui/bitstream/handle/11012/32575/xondra28.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [6] *Tenké vrstvy* [přednáška] [online]. Plzeň: ZČU v Plzni [cit. 2018-02-04]. Dostupné z:  
[https://www.opi.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_sma.pdf](https://www.opi.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf)
- [7] Thin film. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Thin\\_film](https://en.wikipedia.org/wiki/Thin_film)
- [8] RAO, M. C. a M. S. SHEKHAWAT. A BRIEF SURVEY ON BASIC PROPERTIES OF THIN FILMS FOR DEVICE APPLICATION. *International Journal of Modern Physics* [online]. **2013**(22) [cit. 2018-02-04]. DOI: 10.1142/S2010194513010696. ISBN 10.1142/S2010194513010696. Dostupné z:  
<http://www.worldscientific.com/doi/abs/10.1142/S2010194513010696>
- [9] HOLLAUER, Christian. *Modeling of Thermal Oxidation and Stress Effects* [online]. Wien, 2007 [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: <http://www.iue.tuwien.ac.at/phd/hollauer/node48.html>. Disertace. Technische Universität Wien.
- [10] *Fyzika kondenzovaného stavu* [přednáška] [online]. Praha: MFF UK v Praze [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: [https://kdf.mff.cuni.cz/vyuka/kondenzovany\\_stav/materialy\\_2017/FKS\\_9.pptx](https://kdf.mff.cuni.cz/vyuka/kondenzovany_stav/materialy_2017/FKS_9.pptx)
- [11] *Tunelový jev* [výukový materiál] [online]. Praha: MFF UK v Praze [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: [http://physics.mff.cuni.cz/kfpp/s4r/povrch/stm/stm\\_tunelovy\\_jev.htm](http://physics.mff.cuni.cz/kfpp/s4r/povrch/stm/stm_tunelovy_jev.htm)
- [12] Ferromagnetism. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2018-02-04]. Dostupné z:  
<https://en.wikipedia.org/wiki/Ferromagnetism>
- [13] SESHAN, Krishna. *Handbook of thin-film deposition processes and techniques: principles, methods, equipment, and applications*. 2nd ed. Norwich, N.Y.: Noyes Publications, c2002. ISBN 0815514425.



- [14] *Tenké vrstvy* [přednáška] [online]. Praha: ČVUT v Praze [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: <http://www.fbmi.cvut.cz/files/predmety/2405/public/FIN2a,%20PVD,CVD-rozdily,%20vyhody.pdf>
- [15] LIBRA, Martin. Naprašování tenkých vrstev. *ELEKTRO* [online]. 2003, **2003**(2), 8-10 [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev--14441>
- [16] BESHAIJOVÁ PELIKÁNOVÁ, Ivana. *Ústní sdělení*. [2018-03 až 2018-05].

## 8. Seznam obrázků

- [1] OHRING, Milton. Sequence of events leading to stress in film. In: OHRING, Milton. *Materials science of thin films: deposition and structure*. 2nd ed. San Diego, CA: Academic Press, 2002.
- [2] Schematic of thermal evaporation. In: ResearchGate.net [online] [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/figure/265051181\\_Schematic-of-thermal-evaporation-40](https://www.researchgate.net/figure/265051181_Schematic-of-thermal-evaporation-40)
- [3] Electron beam deposition. In: Wikimedia.org [online] [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Electron\\_Beam\\_Deposition\\_001.jpg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Electron_Beam_Deposition_001.jpg)
- [4] [Schematické znázornění principu katodového naprašování]. In: MACH, Pavel. *Tenké vrstvy [přednáška]* [online]. Praha: ČVUT v Praze [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: [https://moodle.fel.cvut.cz/pluginfile.php/34506/mod\\_resource/content/1/Naprasovani.pdf](https://moodle.fel.cvut.cz/pluginfile.php/34506/mod_resource/content/1/Naprasovani.pdf)
- [5] Principle of magnetron sputtering. In: umms.sav.sk [online]. Slovak Academy of Sciences [cit. 2018-02-04]. Dostupné z: <http://www.umms.sav.sk/6493-en/physical-vapor-deposition/>
- [6] Vlastní fotografie.
- [7] Vlastní obrázek - z programu *TalyProfile Gold*.
- [8] Vlastní fotografie.
- [9] Vlastní obrázek - z programu *TalyProfile Gold*.
- [10] Vlastní obrázek - z programu *TalyProfile Gold*.