



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

TENKOVSTVÉ SYSTÉMY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Vojtěch Rada

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Miroslav Zatloukal

BRNO 2022

Bakalářská práce

bakalářský studijní program **Mikroelektronika a technologie**

Ústav elektrotechnologie

Student: Vojtěch Rada
Ročník: 3

ID: 217570
Akademický rok: 2021/22

NÁZEV TÉMATU:

Tenkovrstvé systémy

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Popište metody přípravy kovových tenkovrstvých systémů. Provéřte výběr vhodných substrátů se zaměřením na vakuové způsoby přípravy tenkých kovových vrstev. Navrhněte nejvhodnější způsoby úpravy substrátů. Zvládněte obsluhu magnetronového naprašovacího zařízení a zhotovte testovací vzorky tenkovrstvých systémů.

Proveďte posouzení vlivu substrátů na parametry tenkovrstvé soustavy.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle doporučení vedoucího závěrečné práce.

Termín zadání: 7.2.2022

Termín odevzdání: 2.6.2022

Vedoucí práce: Ing. Miroslav Zatloukal

doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.
předseda rady studijního programu

UPOZORNĚNÍ:

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

Abstrakt

Tato bakalářská práce je zaměřena na problematiku technologie vytváření tenkých vrstev. V úvodu se zabývá obecnou teorií této problematiky, rozebírá různé metody a způsoby nanášení tenkých vrstev, kdy je kladen větší důraz na metodu magnetronového naprašování, která je využita v experimentální části práce, a popisuje procedury, které jsou prováděny před a po samotném nanesením tenké vrstvy. V praktické části práce je popsáno magnetronové naprašovací zařízení NP-12 a jeho ovládání. Následně je proveden výběr a úprava vhodných substrátů, depozice tenkovrstvého systému pomocí magnetronového naprašování a analýza vlastností deponovaných tenkovrstvých vzorků.

Klíčová slova

Tenká vrstva, depozice, napařování, naprašování, target, substrát, adheze, magnet, kov, elektrický odpor, mikroskopie.

Abstract

This bachelor's thesis is focused on the problematics of thin-film technology. In the beginning the work deals with a general theory of this problematics, discusses various methods and ways to lay a thin film, where more emphasis is placed on magnetron sputtering, which is used in the practical part of the work, and describes procedures that are performed before and after the application of the thin film. The magnetron sputtering coating machine NP-12 and its control are described in the practical part of the work. Subsequently the selection and adjustment of suitable substrates is made, the thin-film system is deposited using the magnetron sputtering method and the analysis of the properties of deposited thin-film samples is done.

Keywords

Thin-film, deposition, evaporation, sputtering, target, substrate, adhesion, magnet, metal, electric resistance, microscopy.

Bibliografická citace

Rada, V. *Tenkovrstvé systémy*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav elektrotechnologie, 2022. 57 s. Bakalářská práce. Vedoucí práce: Ing. Miroslav Zatloukal.

Prohlášení autora o původnosti díla

Jméno a příjmení studenta:	Vojtěch Rada
VUT ID studenta:	217570
Typ práce:	Bakalářská práce
Akademický rok:	2021/22
Téma závěrečné práce:	Tenkovrstvé systémy

Prohlašuji, že svou závěrečnou práci jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucí/ho závěrečné práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené závěrečné práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této závěrečné práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne: 2. června

podpis autora

Poděkování

Děkuji svému vedoucímu semestrální práce Ing. Miroslavovi Zatloukalovi za maximální ochotu, účinnou pomoc a také za cenné informace a rady během konzultací, které mi byly poskytnuty při zpracování mé bakalářské práce. Dále bych chtěl také velice poděkovat za pomoc, především při seznamování s naprašovacím zařízením, Bc. Janovi Kuchaříkovi.

V Brně dne: 2. června

podpis autora

Obsah

SEZNAM OBRÁZKŮ	9
SEZNAM TABULEK.....	11
ÚVOD	12
1. TENKÉ VRSTVY	13
1.1 ÚVOD DO TECHNOLOGIE TENKÝCH VRSTEV	13
1.2 VLASTNOSTI TENKÝCH VRSTEV.....	13
1.2.1 Mechanické vlastnosti	13
1.2.2 Elektrické a magnetické vlastnosti	14
1.2.3 Optické vlastnosti	14
1.3 VYUŽITÍ A APLIKACE.....	14
2. METODY PŘÍPRAVY TENKÝCH VRSTEV	16
2.1 METODY FYZIKÁLNÍ (PVD)	16
2.1.1 Vakuové napařování	16
2.1.2 Katodové naprašování	17
2.1.3 Iontové naprašování.....	18
2.1.4 Reaktivní naprašování.....	19
2.1.5 Magnetronové naprašování	19
2.2 METODY CHEMICKÉ	21
2.2.1 Vakuové metody (CVD).....	21
2.2.2 Nevakuové metody	22
3. PŘÍPRAVNÉ PROCESY A ANALÝZA TENKÝCH VRSTEV.....	25
3.1 VOLBA SUBSTRÁTU	25
3.2 ÚPRAVA POVRCHU A ČIŠTĚNÍ SUBSTRÁTU	25
3.2.1 Mechanické úpravy povrchu substrátu	26
3.2.2 Chemické čištění substrátu.....	26
3.2.3 Iontové čištění	26
3.3 TVORBA STRUKTURY NA SUBSTRÁTU.....	27
3.3.1 Nanášení přes šablonu	27
3.3.2 Nanášení pomocí fotorezistu.....	27
3.4 MĚŘENÍ TLOUŠTKY TENKÉ VRSTVY	28
3.4.1 Destruktivní metody	28
3.4.2 Nedestruktivní metody.....	29
3.5 MĚŘENÍ DALŠÍCH VELIČIN TENKÉ VRSTVY	31
3.5.1 Elektrické veličiny.....	32
3.5.2 Neelektrické veličiny	32
4. OBSLUHA NAPRAŠOVACÍHO ZAŘÍZENÍ NP-12.....	34
4.1 POPIS PRACOVNÍ KOMORY	34
4.2 NÁVOD K OBSLUZE	35
5. PRAKTICKÁ ČÁST	37
5.1 VÝBĚR SUBSTRÁTŮ A PŘEDDEPOZIČNÍ PROCESY	37

5.2	DEPOZICE VRSTEV	39
5.3	ANALÝZA VZORKŮ	42
5.3.1	<i>Analýza povrchu tenkovrstvého systému</i>	42
5.3.2	<i>Analýza tloušťky tenkovrstvého systému</i>	44
5.3.3	<i>Zkouška adheze tenkovrstvého systému</i>	46
6.	ZÁVĚR.....	51
7.	LITERATURA	54
	SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK	57

SEZNAM OBRÁZKŮ

1.1	Příklad realizace tenkovrstvého hybridního integrovaného obvodu [7]	15
2.1	Princip vakuového napařování	17
2.2	Princip katodového napařování	18
2.3	Princip a) primárního a b) sekundárního napařovacího systému [12].....	18
2.4	Schématické znázornění elektrického a magnetického pole u planárního uspořádání katody pro magnetronové napařování [15]	19
2.5	Trajektorie pohybu elektronu v magnetickém a elektrickém poli. B – směr magnetického pole, E – směr elektrického pole, v – vektor rychlosti elektronu. [8].....	20
2.6	Princip magnetronového napařování	20
2.7	Princip chemické depozice z plynné fáze.....	21
2.8	Princip elektrochemické depozice.....	22
2.9	Princip dip-coatingu [18].....	23
2.10	Princip spin-coatingu [15].....	24
3.1	Princip maskovací metody kontaktní (vlevo) a proximity (vpravo) [15]	28
3.2	Příklad pozorované tloušťky vrstvy pomocí a) AFM b) SEM [25] [26]	29
3.3	Schéma zapojení a) Wheatstonova můstku pro měření el. odporu a b) kapacitního můstku s elektrodami pro měření kapacity	30
3.4	Princip metody měření tloušťky tenké vrstvy pomocí magneticko-indukční sondy	31
3.5	Schématické zapojení pro měření čtyřbodovou metodou.....	32
4.1	Napařovací zařízení NP-12 skládající se z a) pracovní komory a b) ovládacího panelu	34
4.2	Náhled do pracovní komory napařovacího zařízení NP-12 na hlavici s nasazeným targetem a na vložený externí QCM krystal (vpravo).....	35
5.1	Použité substráty pro tenkovrstvé napařování – sklíčka (vlevo), deska z korundové keramiky (uprostřed) a křemíkový wafer (vpravo)	37
5.2	Proces odmaštění skleněných substrátů v demineralizované vodě s hydroxidem sodným	38
5.3	Náhled do komory napařovacího zařízení NP-12 během depozice	40
5.4	Pohled do komory napařovacího zařízení NP-12 se zhotovenými vzorky pro 1. sadu	41
5.5	Skleněné substráty s naprášeným tenkovrstvým systémem po zapečení.....	41
5.6	Snímky povrchu vzorků se substrátem z korundové keramiky z první sady (vlevo) a z druhé sady (vpravo).....	42
5.7	Snímky povrchu vzorků se substrátem ze skla z první sady (vlevo) a z druhé sady (vpravo).....	43
5.8	Snímky povrchu vzorků se substrátem z křemíku z první sady (vlevo) a z druhé sady (vpravo).....	43
5.9	3D snímky povrchu vzorku z korundové keramiky (vlevo) a z křemíku (vpravo).....	44
5.10	Snímek řezu vzorku sklíčka z první sady na rastrovacím elektronovém mikroskopu.....	45
5.11	Snímek řezu tepelně upraveného vzorku sklíčka na rastrovacím elektronovém mikroskopu	45
5.12	Graf prvkové analýzy pro vzorek se skleněným substrátem z první sady	46
5.13	Graf prvkové analýzy pro tepelně upravený vzorek se skleněným substrátem	46
5.14	Sada pro zhotovení zkoušky adheze podle mřížkové metody	47
5.15	Průběh zhotovování zkoušky adheze podle mřížkové metody	47
5.16	Porovnání výsledků zkoušky adheze podle mřížkové metody pro vzorek se substrátem z korundové keramiky z první (vlevo) a druhé sady (vpravo)	48
5.17	Porovnání výsledků zkoušky adheze podle mřížkové metody pro vzorek se substrátem ze skla z první (vlevo) a druhé sady (vpravo)	49
5.18	Porovnání výsledků zkoušky adheze podle mřížkové metody pro vzorek se substrátem z křemíku z první (vlevo) a druhé sady (vpravo)	49

5.19	Porovnání výsledků zkoušky adheze podle mřížkové metody pro tepelně upravený vzorek se substrátem ze skla z první sady	50
5.20	Graf zobrazující výsledky zkoušky adheze podle mřížkové metody	50

SEZNAM TABULEK

5.1	Výčet rychlostí depozice pro některé prvky při výkonu 1,25kW [19]	39
-----	---	----

ÚVOD

Ačkoliv historie vytváření tenkých vrstev různých materiálů trvá už přibližně dvě staletí, zájem o jejich využití začal výrazně růst v posledních desetiletích, a to zejména v mikroelektronice díky trendu neustálé miniaturizace a náročnějším parametrům vytvářených produktů nebo třeba v optice, v letectví či v telekomunikaci.

Samotné vrstvy neslouží jen jako dekorativní prvek, ale plní různé funkce, např. vodivou, odporovou nebo dielektrickou, dále slouží také jako ochrana vůči korozi a zlepšují celkové elektrické a magnetické vlastnosti. Tenké vrstvy tedy nemusí být nanášeny jen jednotlivě a lze vytvářet více vrstev za použití více materiálů s různými vlastnostmi. Deponací několika tenkých vrstev z různých prvků se vytváří tzv. tenkovrstvý systém.

Tato práce se zaměřuje na obecnou teorii a různé metody deponování tenkých vrstev a vytváření tenkovrstvých systémů. Větší pozornost bude následně upřena na metodu magnetronového naprašování, která bude také využita v praktické části této práce za pomoci magnetronového zařízení NP-12. Kromě samotné depozice se práce také věnuje jak přípravným procesům, zejména čištění, tak i analýzou základních parametrů vytvořeného tenkovrstvého systému.

1. TENKÉ VRSTVY

Tenkovrstvé systémy nanesené na nosném substrátu jsou v technice velice často uplatňovány, a to především v mikroelektronickém odvětví k tvorbě tenkovrstvých integrovaných obvodů nebo při výrobě polovodičových čipů. Tenké vrstvy lze však také použít k povrchovým úpravám různých dalších materiálů za účelem zvýšení odolnosti, zajištění přilnavosti nebo je lze použít čistě jen jako estetický prvek. [1]

1.1 Úvod do technologie tenkých vrstev

Za tenkou vrstvu bývá považována vrstva složená z určitých prvků (většinou kovů), jejíž rozměry se řádově pohybují v desítkách a stovkách nanometrů až po jednotky mikrometrů. Důsledkem těchto miniaturních rozměrů je to, že tenké vrstvy nemají totožné vlastnosti a také pro ně neplatí konstanty jako u běžně používaných objemových materiálů. Právě tato skutečnost dává tenkým vrstvám mimořádné elektrické vlastnosti, které jsou potom v elektronice při vytváření tenkovrstvých struktur využívány. [1] [2]

V tenkovrstvé technologii existuje několik metod nanášení tenkých vrstev, přičemž nejdůležitějšími metodami pro elektrotechnické odvětví jsou metody fyzikální, které nejsou nijak ovlivňovány chemickými reakcemi. [1] [2]

1.2 Vlastnosti tenkých vrstev

U tenkých vrstev jsou nejpodstatnější tři skupiny vlastností, a to vlastnosti mechanické, vlastnosti elektrické a magnetické a vlastnosti optické.

1.2.1 Mechanické vlastnosti

Důležitým předpokladem v prakticky každém odvětví, kde se tenké vrstvy využívají, jsou dobré mechanické vlastnosti dané vrstvy, na kterých závisí i celková stabilita tenkovrstvého systému. Mezi nejdůležitější mechanické vlastnosti zde patří především vnitřní napětí (označováno někdy i jako vnitřní pnutí) a adheze. [2] [3] [4]

Vnitřní napětí – dělíme na dva druhy: tepelné a vlastní. Tepelné napětí se vytváří vlivem vyšších teplot, za kterých je prováděno deponování vrstvy, a následného chladnutí a také rozdílnými teplotními koeficienty deponované vrstvy a substrátu. Příčin vlastních napětí může být celá řada a mají charakter napětí tahových a tlakových. [2] [3] [4]

Adheze – jedná se o přilnavost mezi tenkou vrstvou a substrátem, která může být různého charakteru a na rozhraní vrstva – substrát mohou vznikat různé vazby (mechanické, chemické apod.). [2] [3] [4]

1.2.2 Elektrické a magnetické vlastnosti

Tyto vlastnosti hrají nesmírně důležitou roli při aplikaci tenkovrstvé technologie v elektronice a jsou značně závislé na tloušťce a struktuře vytvořené vrstvy. Patří zde hlavně elektrická vodivost, supravodivost a feromagnetismus. [2] [3] [4]

Elektrická vodivost – závisí na koncentraci vodivého materiálu ve vrstvě, vodivostním mechanismu (elektronový, iontový) použitého materiálu pro deponování a také na tloušťce vrstvy. [2] [3] [4]

Supravodivost – nastává při určité teplotě, kdy kriticky klesá hodnota odporu. Při zkoumání supravodivosti v tenkých vrstvách byla u některých prvků zjištěna vyšší hodnota kritické teploty při klesající tloušťce vrstvy (např. In nebo Al) anebo dokonce supravodivost vykazovaly prvky, které ve větším objemu supravodivé nejsou. [2] [3] [4]

Feromagnetismus – projevuje se výskytem tzv. oblastí spontánní magnetizace bez přítomnosti vnějšího magnetického pole. U tenkých vrstev jsou feromagnetické vlastnosti silně závislé na teplotě podložky při deponování vrstvy, na rychlosti nanášení a na složení materiálu vrstvy. [2] [3] [4]

Dielektrické vlastnosti – jsou především dány permitivitou (nabývá stejných hodnot jako v případě aplikace daných materiálů ve větších objemech), dielektrickými ztrátami neboli ztrátovým úhlem ($\tan \delta$) a dielektrickou pevností. [2] [3] [4]

1.2.3 Optické vlastnosti

V neposlední řadě lze také u tenkých vrstev zkoumat vlastnosti optické, především odrazivost, propustnost a polarizaci světla danou vrstvou. Nejvíce se optických vlastností dá využít při vytváření vícevrstevných systémů, kdy s několika vrstvami z různých materiálů s různými indexy lomu lze realizovat např. antireflexní vrstvy nebo filtry s velice úzkým pásmem propustnosti. [2] [3] [4]

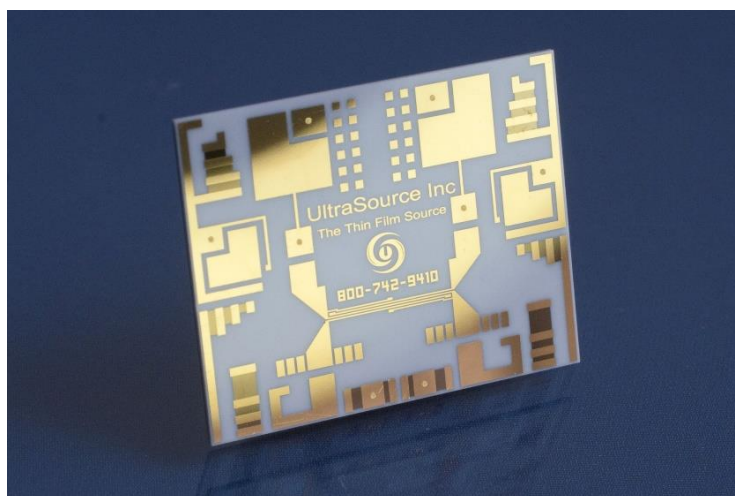
1.3 Využití a aplikace

Velice důležité uplatnění mají tenké vrstvy v oblasti elektrotechnického průmyslu, kdy tenkovrstvá technologie nabývala v posledních desetiletí stále většího významu díky trendu neustálé miniaturizace rozměrů a zajištění větší spolehlivosti elektrických zařízení. Pomocí tenkých vrstev lze např. vytvářet kontakty na polovodičových čipech, tenkovrstvé rezistory a kondenzátory nebo můžeme využít magnetických vlastností tenkých vrstev pro vytváření paměťových prvků v počítačové technice. [1] [2]

Jako příklad pro aplikaci tenkých vrstev v mikroelektronice lze především uvést realizace hybridních integrovaných obvodů. Ve vytvořených tenkovrstvých pasivních

sítích, které obsahují vodivé, odporové nebo dielektrické vrstvy, můžeme dosáhnout velice dobrých elektrických vlastností, mezi které patří vysoká stabilita, nízký teplotní součinitel a nízké hodnoty tolerancí tenkovrstvých rezistorů. Dále můžeme také pozorovat u některých materiálů polovodičové vlastnosti a můžeme tak např. realizovat tenkovrstvé tranzistory. [5]

Tenké vrstvy lze dále použít v optice jako antireflexní vrstvy na skle, čočkách a filtrech nebo jako reflexní vrstvu na zrcadlech. Dále jsou tenké vrstvy uplatňovány také ve strojírenství jako tvrdé povlaky z diamantu nebo titanu na řezných nástrojích (vrtáky, frézy, pilky) k prodloužení životnosti těchto strojů a celkovému urychlení při výrobě. Velice důležitým odvětvím, kde je tenkovrstvá technologie používána, je medicína. Zde se hlavně tenké vrstvy aplikují na různých tělních implantátech a medicínských pomůckách, které přicházejí do kontaktu s lidským tělem (např. skalpely nebo chirurgické nůžky). Důraz je kladen na chemickém složení samotné vrstvy a používáme tzv. biokompatibilní materiály, které nevyvolají nějakou nežádoucí reakci při kontaktu materiálu s lidským tělem. Vyjmenovat by se dále mohly i mnohé další oblasti uplatnění jako telekomunikační technika, energetika nebo můžeme tenké vrstvy nanášet čistě pro dekorativní účely. [4] [6]



Obrázek 1.1 Příklad realizace tenkovrstvého hybridního integrovaného obvodu [7]

2. METODY PŘÍPRAVY TENKÝCH VRSTEV

Způsobů, jak můžeme nanášet tenké vrstvy, existuje hned několik a lze je rozdělit do dvou základních skupin, a to na metody chemické (CVD – Chemical Vapor Deposition) a fyzikální (PVD – Physical Vapor deposition). Pro elektrotechniku jsou nejdůležitější metody fyzikální, které probíhají ve vakuovém prostředí. Patří zde hlavně vakuové napařování a několik druhů katodového napařování, kde se řadí např. iontové napařování, reaktivní napařování nebo i magnetronové napařování. Co se týče depozice vrstev bez přítomnosti vakua, lze si vybrat třeba elektredepozici nebo jeden ze speciálních sol-gel procesů, kde patří techniky dip-coating nebo spin-coating. [1] [2] [8]

2.1 Metody fyzikální (PVD)

Hlavním cílem těchto metod je kondenzace par atomů určitého materiálu a jejich postupná depozice na substrát, která není doprovázena nějakou chemickou reakcí a požaduje snížený tlak, tedy probíhá ve vakuovém prostředí. [2]

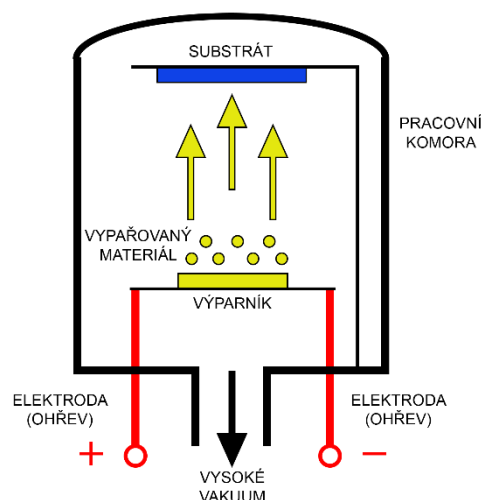
2.1.1 Vakuové napařování

Celý proces vakuového napařování probíhá v komoře se zvýšeným vakuem. Do tohoto prostředí se umístí výparník – materiál určený pro vypařování a následné nanesení na substrát v podobě chladné podložky. [1] [2] [3] [8] [9] [10]

Při zvyšování teploty a zahřívání materiálu jsou uvolňovány atomy nebo molekuly látky, které mají vysokou kinetickou energii. V uzavřené pracovní komoře při určité teplotě dojde k ustavení určitého rovnovážného tlaku vzniklých par vypařených částic, tzv. tenze nasycených par. Pokud se však bude v tomto uzavřeném systému vyskytovat místo s nižší teplotou, dojde ke kondenzaci a následný přenos par vypařovaného materiálu na chladnější podložku. [1] [2] [3] [8] [9] [10]

Částice výparníku se pohybují přímočaře a díky přítomnosti vakuového prostředí za nízkého tlaku v rozmezí 10^{-4} - 10^{-6} Pa dochází k interakci s cizími částicemi tzv. zbytkových plynů jen minimálně a molekuly mají zajištěnou nejdelší možnou střední volnou dráhu. [1] [2] [3] [8] [9] [10]

Jako zdroje energie pro ohřev odpařovaného materiálu se může využít např. odporový ohřev, ohřev iontovým svazkem nebo vysokofrekvenční ohřev. Jistým omezením této metody je fakt, že nanášení nekovových materiálů je obtížné, a proto se vakuové napařování využívá v elektronice převážně pro vytváření kovových vrstev hliníku, zlata, chromu a dalších kovů včetně kovových slitin. [1] [2] [3] [8] [9] [10]



Obrázek 2.1 Princip vakuového napařování

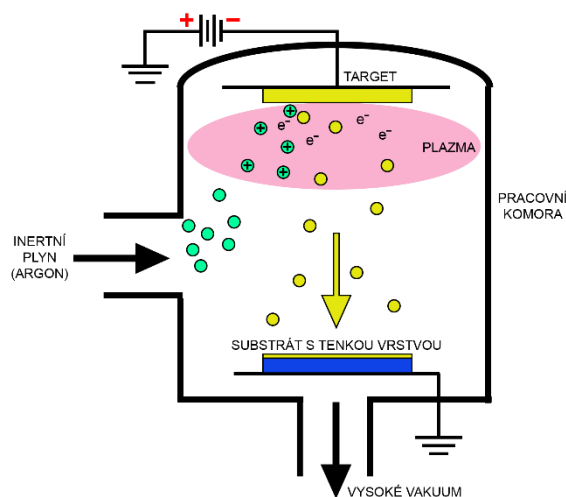
2.1.2 Katodové napařování

Oproti vakuovému napařování je zde materiál umístěn na katodu jako tzv. target (terč) a do prostředí nízkého vakua je navíc přiveden inertní plyn (např. argon nebo dusík). Schematické znázornění principu katodového napařování je uvedeno na obr. 2.2. [1] [2] [3] [8] [9] [11]

V uzavřeném vakuovém prostředí je nastaven tlak přibližně na 10^{-1} Pa. Na katodu je připevněn target z nanášeného materiálu a substrát je umístěn na anodě. Do prostoru mezi anodou a katodou je následně vpuštěn inertní plyn a vzniká doutnavý výboj při napětí několika kilovoltů. Průběh potenciálu v pracovním prostoru mezi elektrodami je nerovnoměrný a dochází k tzv. katodovému spádu v okolí katody s targetem. [1] [2] [3] [8] [9] [11]

V samotném výboji pak vznikají urychlené kladné ionty inertního plynu, které bombardují katodu a dochází k rozprášení materiálu targetu do prostoru. Jednotlivé částičky materiálu se poté usazují na okolních tělesech včetně podložky (substrátu) umístěné na anodě. [1] [2] [3] [8] [9] [11]

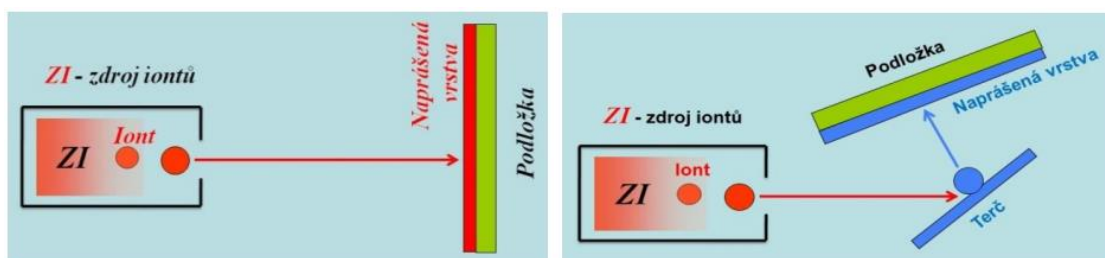
Mezi hlavní přednosti metody napařování oproti napařování patří rovnoměrnost a všesměrovost nanesené vrstvy napařovaného materiálu, velice dobrá adheze a možnost napařovat prakticky všechny materiály včetně polymerů, které se za vyšších teplot degenerují. [1] [2] [3] [8] [9] [11]



Obrázek 2.2 Princip katodového naprašování

2.1.3 Iontové naprašování

Celý proces probíhá opět ve vakuovém prostředí s nízkým tlakem. Na výběr jsou dva systémy, které využívají iontový svazek, a to naprašování primární a naprašování sekundární. Primární naprašování spočívá v tom, že iontový svazek už obsahuje ionty požadovaného materiálu pro vytvoření tenké vrstvy a je přímo nanášen na substrát, kdy ionty materiálu mají nízkou energii (do 100eV). U sekundárního naprašování obsahuje iontový svazek ionty inertního plynu o energii řádově 10^3 eV. Tímto iontovým svazkem je poté odprašován materiál targetu na příslušný substrát. Výhodou tohoto systému je to, že vrstva je mnohem lépe oddělena od plazmatu výboje a nedochází k tepelnému anebo radiačnímu zatížení substrátu. Dále je také možná realizace targetu v libovolném tvaru. [12]



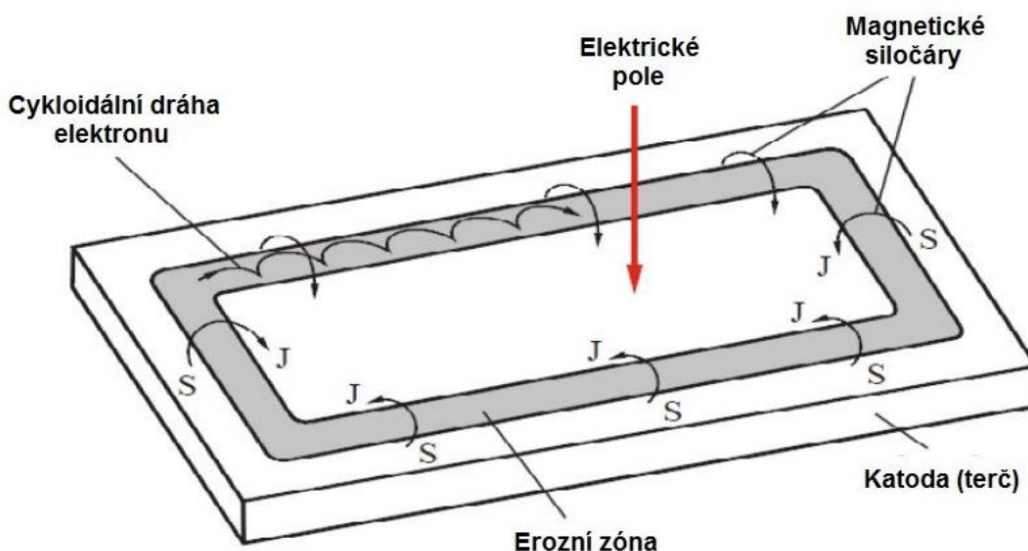
Obrázek 2.3 Princip a) primárního a b) sekundárního naprašovacího systému [12]

2.1.4 Reaktivní naprašování

Tuto metodu lze v podstatě aplikovat na ostatní naprašovací metody. U reaktivního naprašování jde o to, že v pracovním prostředí je záměrně vytvořena směs inertního plynu s jiným, reaktivním plynem jako např. kyslík nebo dusík, který bude reagovat s naprašovanými kovy. Díky těmto reakcím může potom vzniknout vrstva oxidů, nitridů nebo jiných sloučenin. [13]

2.1.5 Magnetronové naprašování

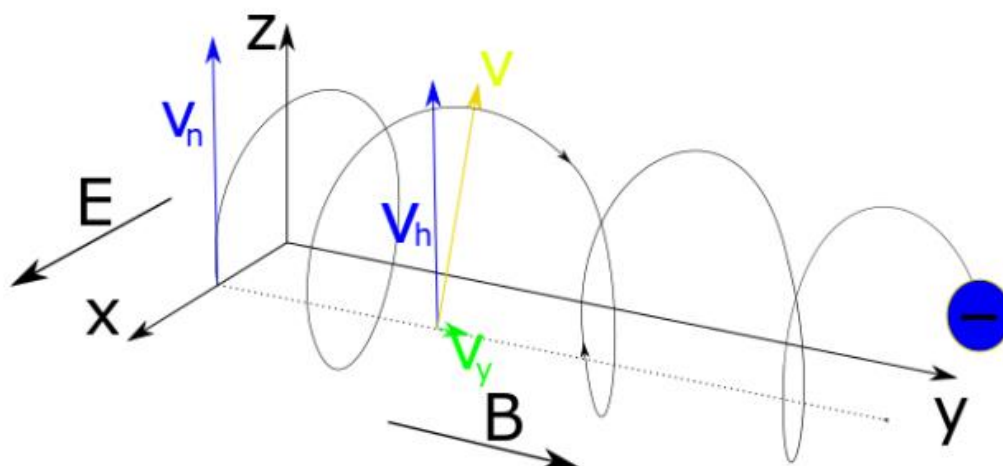
Postup u této metody je téměř totožný se základním katodovým naprašováním s tím rozdílem, že celý proces je rozšířen o přidání magnetického pole. Toto pole vytvoříme umístěním permanentního magnetu nebo elektromagnetu v blízkosti targetu neboli katody, u které je použito tzv. planární uspořádání. Jednotlivé indukční čáry magnetického pole vystupují z povrchu katody a poté do něj zase vstupují, čímž se způsobuje sekundární emise elektronů, které jsou emitovány z terče a pohybují se po cykloidní dráze (viz. obrázek 2.4). [3] [9] [14] [15]



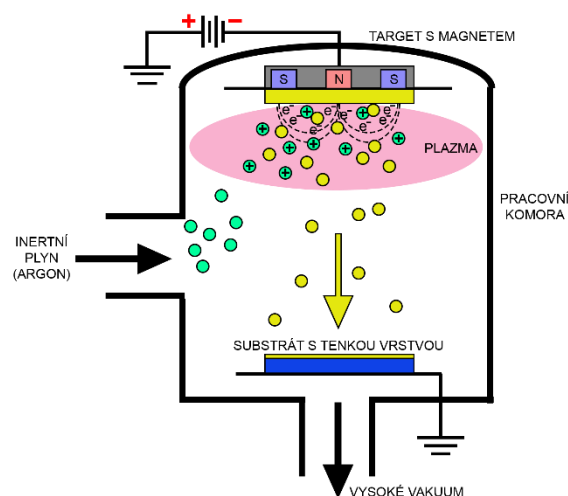
Obrázek 2.4 Schématické znázornění elektrického a magnetického pole u planárního uspořádání katody pro magnetronové naprašování [15]

Díky těmto jevům tak dochází k zvětšování délky drah elektronů a tím také i ke zvýšení pravděpodobnosti další ionizace přivedeného inertního plynu, což zaručuje celkově zvýšenou účinnost celého procesu. Oproti klasickému katodovému naprašování lze díky zvýšené ionizaci výboje ve vakuové komoře udržet za nižších tlaků a nižšího napětí (stovky voltů). V oblasti, kde působí magnetické pole, dochází k intenzivnímu

odprašování částic targetu a nejintenzivnějšího odprašování se může dosáhnout tehdy, je-li směr magnetického pole kolmý ke směru pole elektrického (viz. obrázek 2.5). [15]



Obrázek 2.5 Trajektorie pohybu elektronu v magnetickém a elektrickém poli. B – směr magnetického pole, E – směr elektrického pole, v – vektor rychlosti elektronu. [8]



Obrázek 2.6 Princip magnetronového naprašování

Další výhodou magnetronového naprašování je, že vysoce hustá plazma vzniká pouze v blízkosti targetu, a proto nemůže tak negativně ovlivnit podložku se substrátem. Díky této zvýšené ionizaci v oblasti kolem targetu lze také dosáhnout až 10x vyšší rychlosti depozice ve srovnání s diodovými naprašovacími systémy. Pokud je na substrát přivedeno přepětí, lze také řídit množství dodané energie do naprašované vrstvy. Metoda magnetronového naprašování nese s sebou i pár nevýhod, mezi které patří hlavně

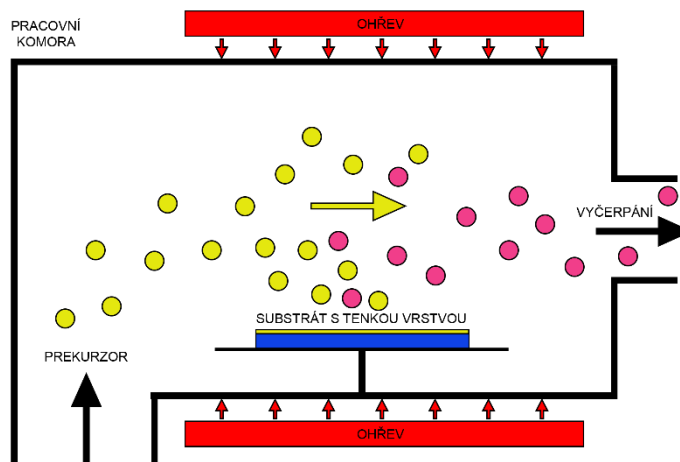
nerovnoměrnost depozice související s kruhovým tvarem výboje nebo nemožnost nanášet feromagnetické materiály, které by způsobily magnetický zkrat katody. [14] [15]

2.2 Metody chemické

Oproti fyzikálním metodám je zde využíváno chemických reakcí během samotného procesu depozice a lze využít jak metod vakuových, tak i nevakuových.

2.2.1 Vakuové metody (CVD)

Jako chemická depozice z plynné fáze (CVD) je označován technologický postup, kdy jsou tenké vrstvy vytvářeny pomocí chemických reakcí v plynné fázi, ať už jde o chemickou reakci mezi více prekurzory nebo rozkladnou reakci jedné látky. Výsledný produkt těchto reakcí pak vytváří samotnou tenkou vrstvu na daném substrátu a vedlejší produkty (zbytky) jsou následně odsáty vakuem pryč. Tato metoda lze využít v polovodičové technice např. pro epitaxi germania za využití sloučeniny germanu GeH_4 nebo pro epitaxi křemíku. Mezi výhody patří vysoká odolnost nadeponovaných vrstev vůči opotřebení. Naopak jako velká nevýhoda je vysoká teplota potřebná pro depozici. [15] [16]



Obrázek 2.7 Princip chemické depozice z plynné fáze

Existuje několik modifikací pro metodu CVD, které se vyznačují určitými přednostmi. Odlišnosti mezi jednotlivými modifikacemi (procesy) jsou v dodatečném použití plazmy nebo laseru, odlišném tlaku nebo v použitých prekurzorech. [9] [15]

Patří zde například:

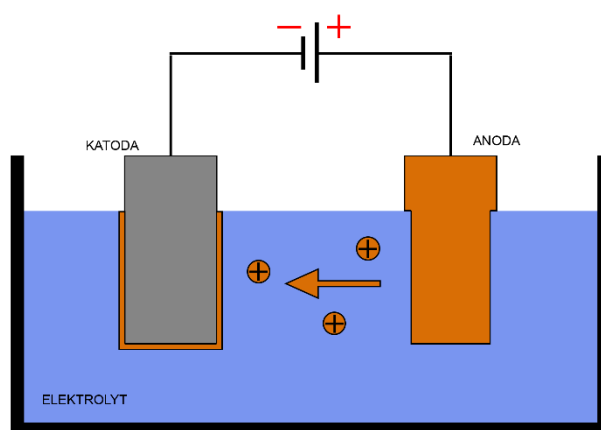
- APCVD (Atmospheric-pressure CVD)
- LPCVD (Low-pressure CVD)

- PCVD (Laser-induced CVD)
- Plasma-enhanced CVD
- Electron-enhanced CVD
- PHCVD (Photo-enhanced CVD)
- MOCVD (Metalorganic CVD)

2.2.2 Nevakuové metody

Mezi chemické metody, které nevyžadují vakuové prostředí, patří elektrochemická depozice, zkráceně elektrodpozice (také známá jako galvanické pokovování), nebo sol-gel procesy.

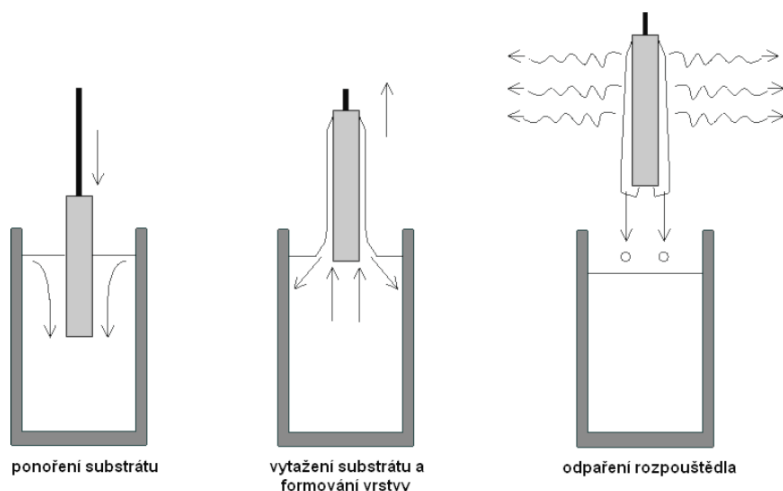
Proces elektrochemické depozice probíhá v elektrolytu neboli ve vodě, kde došlo k rozpouštění anorganických solí (elektrolytické disociaci), při kterém vznikají volně pohybující se ionty. Záporné ionty nesou s sebou přebytečné elektrony a naopak kladné ionty jich mají nedostatek. Elektrický náboj těchto iontů disociovaných solí dovoluže, aby roztokem mohl téct elektrický proud. Ten je zaveden pomocí katody a anody. Ionty se tak začnou pohybovat podle zákonů elektrostatické přitažlivosti, tedy anionty jsou přitahovány k anodě a kationty ke katodě. Kationty se na katodě začnou spojovat s elektrony katody a vzniká elektro neutrální látka nebo kationt nižšího mocenství. Anionty své přebytečné elektrony anodě předávají a vzniká opět elektro neutrální látka nebo aniont vyššího mocenství. Těmto pochodům se říká elektrolyza. V praxi se pak využívá tzv. rozpustných anod, kdy na anodě dochází k přechodu kladně nabitých částic do elektrolytu, které se pak na katodě vylučují jako čistý kov. [17]



Obrázek 2.8 Princip elektrochemické depozice

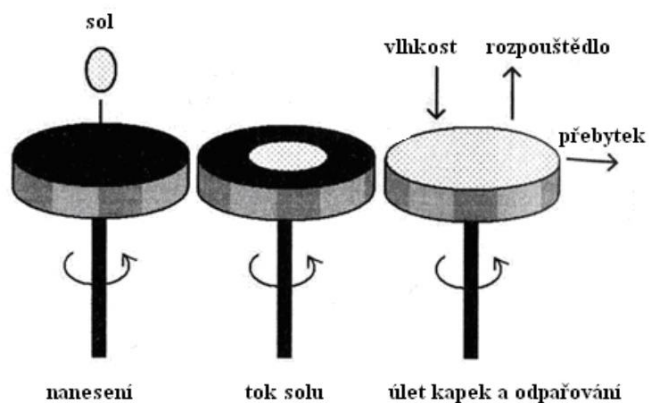
U sol-gel metod je hlavním principem přeměna kapalně suspenze (solu) v gel a následné deponování na pevnou látku. První etapa této přeměny se nazývá gelace. Při ní je výchozí látka (prekurzor) rozpuštěna v rozpouštědle (alkohol), kdy následně dochází k hydrolýze výstupní látky, která polymerizuje přes alkohol nebo vodu a vytváří sraženiny. Ty se po určité době pospojují a vytváří trojrozměrnou síť, tedy strukturu vzniklého gelu. Následně dochází k dalším etapám celého procesu přeměny, konkrétně k stárnutí (posílení další polymerací), sušení a zpevňování gelu. Mezi tyto sol-gel metody se řadí technologie dip-coating a spin-coating. [18]

Dip-coating je označení pro depozici kapalného filmu vytahováním substrátu z nádržky, kde se nachází kapalně médium. Samotný proces začíná ponořením a následným vytahováním substrátu z média, kdy na substrátu zůstává souvislá kapalná vrstva. Ta je poté zpevňována sušením a přidruženými chemickými reakcemi. Při zpevňování také dochází k přechodu solu v gel. Samotná kapalná látka se při sušení stahuje dolů a vytváří interferenční linie, zanechávající za sebou zpevněný gelový film. [18]



Obrázek 2.9 Princip dip-coatingu [18]

U spin-coatingu je pak sol nanesený doprostřed substrátu, který je roztočený vysokou rychlostí. Díky dostředivému zrychlení pak dojde k rozptýlení solu až po okraj substrátu a vzniká tím tenká vrstva. Na konci procesu se pak provádí vysoušení a odpařování rozpouštědel. Kromě zvolených parametrů procesu (zrychlení, konečná rychlost otáčení atd.) závisí tato metoda také na vlastnostech deponované látky (viskozitě, rychlosti usychání, povrchovém napětí atd.). [15]



Obrázek 2.10 Princip spin-coatingu [15]

Oproti dip-coatingu a spin-coatingu může být také jako alternativa využita depozice pomocí sprejové pyrolýzy. Jedná se o proces založený na pyrolýze aerosolu, který vzniká rozprašováním mlhy roztoku s výchozí sloučeninou. Tato mlha se pak dostává do blízkosti ohřívaného substrátu, na kterém má být vrstva deponována, a dochází k pyrolytickému rozkladu, kde dochází postupně k odpařování roztoku, usazování a následné kondenzaci sloučeniny a poté k heterogenní reakci mezi povrchem substrátu a výparem výchozí sloučeniny. Tloušťka pyrolytických vrstev může dosahovat hodnot menších než $1\mu\text{m}$. [18]

Tyto metody jsou využívány především pro laboratorní aplikace. Spin-coating je však běžně používán i v mikroelektronice pro nanášení fotorezistů na různé substráty. [15]

3. PŘÍPRAVNÉ PROCESY A ANALÝZA TENKÝCH VRSTEV

Dříve než vůbec lze provádět samotný proces depozice tenké vrstvy, je potřeba zajistit několik přípravných kroků, jako je výběr substrátu z vhodného materiálu a poté jeho následné povrchové úpravy, aby se zajistila požadovaná čistota a kvalita povrchu substrátu.

3.1 Volba substrátu

Samotné tenké vrstvy jsou nanášeny na nosnou podložku neboli substrát, který může sloužit jako funkční nebo izolační. Kladené nároky na zvolený substrát se mohou lišit podle konkrétní aplikace a mezi nejdůležitější parametry patří zejména kvalita povrchu substrátu, chemické složení, tepelná vodivost, mechanická a tepelná pevnost, minimální pórovitost a také cena. [19]

Co se týče konkrétních materiálů, které jsou v technologii vytváření tenkých vrstev používány, tak jsou nejčastěji využívány: [19]

- Sklo (sodnovápenaté, borokřemičité, hlinitokřemičité, tavený křemen) – používané druhy skla mají kapalinově hladký povrch a dostatečně velkou mechanickou pevnost a tepelnou vodivost.
- Polykrystalická keramika (korundová, berylnatá, sklokeramika) – má vynikající mechanickou pevnost, dobrou tepelnou vodivost, chemickou stabilitu, odolává proti náhlým změnám teploty, kvalita povrchu je upravována dodatečným mechanickým opracováním (broušení, leštění) nebo glazováním povrchu tenkou křemičitou sklovinou.
- Monokrystalické materiály (křemík, germanium, safír) – používají se pro vytváření monokrystalických vrstev nebo pro technologii epitaxe a difúze.
- Kovové materiály (měď, hliník, stříbro) – jsou využívány pro magnetické vrstvy.
- Organické materiály – používají se termoplastické polymery pro nanášení vodivých vrstev na dielektrických fóliích – polystyren, polypropylen, polykarbonát.

3.2 Úprava povrchu a čištění substrátu

Před samotným procesem depozice tenké vrstvy jsou prováděny tzv. předdepoziční přípravy, které mají nezanedbatelný vliv na čistotu, morfologii (tvar) a chemické složení daného substrátu a tím také na celkovou adhezi mezi tenkou vrstvou a substrátem.

Předdepoziční přípravy substrátu zahrnují činnosti jako mechanické úpravy povrchu substrátu, chemické a iontové čištění substrátu a v případě redepozice nepotřebné tenké vrstvy se provádí stripping. [20]

3.2.1 Mechanické úpravy povrchu substrátu

Pomocí mechanických úprav povrchu substrátu se docílí požadované čistoty povrchu, jeho správné smáčivosti a také požadovaného vzhledu. Používají se především následující způsoby úprav povrchu: [8] [20]

- Otryskávání – proces opracovávání povrchu, který se provádí unášením jemného abraziva proudem vzduchu. Jako abraziva se využívají např. Přírodní oxidy, kovová a syntetická abraziva nebo diamantový prášek.
- Kartáčování – lze provádět kartáči se syntetickými nebo kovovými vlákny, které jsou impregnovány abrazivem, avšak nelze docílit úplného odstranění nečistot povrchu substrátu.
- Broušení – používá se pro postupné opracovávání povrchu materiálu, kdy je materiál postupně ubírán a tím se odstraňují nerovnosti povrchu.

3.2.2 Chemické čištění substrátu

Chemické čištění je povrchová úprava zaměřená především na odstranění zejména organických nečistot, mastnot, prachu nebo brusiva a jiných pevných částic, které ulpěly na povrchu substrátu. Základním principem je ponoření daného substrátu do kapalné lázně, kdy se jako kapalně čistící medium volí např. alifatické nebo aromatické uhlovodíky. [20]

V případě, že je požadováno zintenzivnění celého procesu, tak lze využít i ultrazvukového čištění. Jedná se o šetrný, rychlý a také velice efektivní způsob čištění povrchu substrátu, při kterém se využívá jevu tzv. kavitace, kdy se v mediu vytváří miliony mikroskopických bublinek, které následně implodují a jejich uvolněnou energií se strhávají nečistoty z povrchu čištěného předmětu. Čištěný substrát navíc během celého procesu není nějak mechanicky poškozen. [8] [20] [21]

3.2.3 Iontové čištění

Principem iontového čištění je přivedení záporného předpětí na substrát, na který poté dopadají urychlené ionty, které dopadem na povrch substrátu vyřáží atomy nečistot ulpěné na povrchu substrátu. Celý proces se dělí na 2 fáze. V první fázi se provádí čištění doutnavým výbojem, kdy jsou v pracovní komoře ionizované atomy vpuštěného plynu (např. argonu) urychlovány záporným předpětím a následně dopadají na substrát a vyřáží nečistoty. Druhou fází je čištění nízkonapětovým elektrickým obloukem, kdy

je komora vypuštěna a na depoziční katody je přiložen nízkonapěťový zdroj elektrického oblouku. Na katodě vzniká tzv. katodová skvrna, která slouží jako zdroj iontů, které jsou opět urychlovány pomocí záporného předpětí, poté dopadají na substrát a tím se dočistí jeho povrch. [20]

3.3 Tvorba struktury na substrátu

Před deponováním tenkovrstvého systému je nutné také vytvořit požadovaný motiv, resp. strukturu, na substrátu. K této operaci slouží dvě metody, a to nanášení tenkých vrstev přes šablonu nebo pomocí fotorezistu (tzv. maskování). [15]

3.3.1 Nanášení přes šablonu

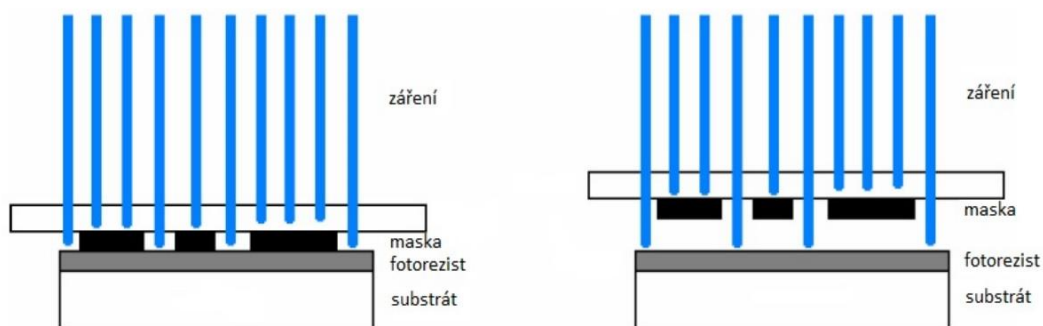
Nanášení přes šablonu je ve své podstatě velice jednoduché a spočívá pouze v přiložení šablony na substrát před samotnou depozicí. Šablony jsou nejčastěji vyráběny z tenké kovové fólie, fosforového bronzu, niklu nebo nerezové oceli. Otvory v šablonách jsou pak vytvářeny například chemicky nebo pomocí laseru. [15]

3.3.2 Nanášení pomocí fotorezistu

K této metodě se používá fotorezist neboli fotocitlivý materiál, který působením UV zářením může měnit své vlastnosti. Rozlišuje se fotorezist negativní, který po ozáření zpolymeruje a zůstává na substrátu, a fotorezist pozitivní, jehož polymerní vazby se ozářením naruší a je odplaven pryč. [22]

Nanesená vrstva fotorezistu na substrátu se ozařuje přes masku, která obsahuje informaci o výsledném motivu. I tyto masky se dělí na masky negativní, kdy vytvořená struktura na masce je pro UV záření nebo případně světlo nepropustná, a pozitivní, jejichž struktura je naopak propustná. Maskování lze provádět několika metodami: [15]

- Kontaktní metoda – maska je umístěna blízko k povrchu substrátu tak, aby nastal mezi maskou a substrátem fyzický kontakt. Touto metodou lze minimalizovat difrakční chyby, avšak může dojít k chybám mechanickým způsobenými vytvořeným kontaktem, díky kterým se snižuje životnost masky.
- Proximity metoda – vzdálenost mezi maskou a substrátem nabývá hodnoty pod 50 μ m a nedochází tedy k fyzickému kontaktu masky se substrátem. Na vzdálenosti masky od substrátu závisí také nejmenší možné rozlišení motivu. Kvůli difrakci světla je však rozlišení horší než u kontaktní metody, ale maska má vyšší životnost.



Obrázek 3.1 Princip maskovací metody kontaktní (vlevo) a proximity (vpravo) [15]

3.4 Měření tloušťky tenké vrstvy

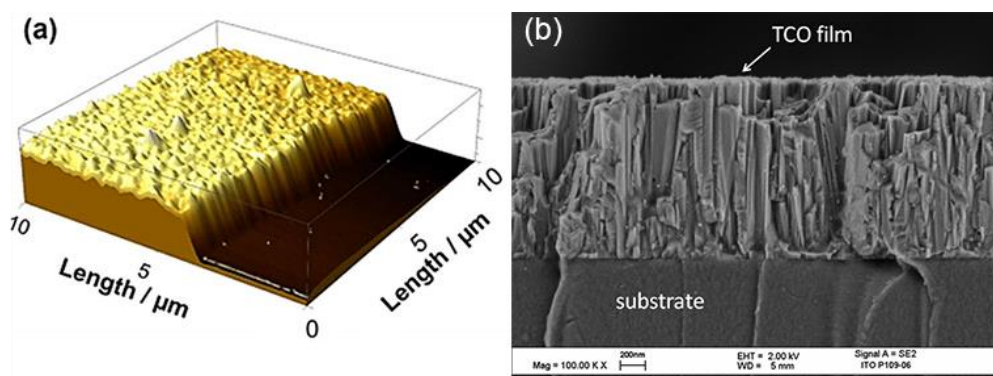
Jedním z nejdůležitějších parametrů tenké vrstvy je její tloušťka, která v mnohém také určuje její vlastnosti. Avšak samotná vrstva není dokonale hladká a má v různých místech poněkud odlišnou tloušťku a lze tedy získat odlišné výsledky při použití několika různých metod měření tloušťky. [2]

Metody měření tloušťky tenkých vrstev se dělí na dvě skupiny – destruktivní a nedestruktivní. Z názvu těch to skupin plyne, že při použití některé z destruktivních metod dochází k nevratnému poškození měřené vrstvy a někdy také i samotného substrátu, avšak tyto metody odstraňují nedostatky metod nedestruktivních, kdy se především vykazují větší přesnosti anebo se dají využít tam, kde nedestruktivní metody použít nelze. [8] [23]

3.4.1 Destruktivní metody

Mezi tyto metody patří především metody mikroskopické, avšak lze měřit také pomocí tzv. kalotestu, metody interferometrické nebo profilometrické.

Mikroskopické metody – pozorování mikroskopem se provádí na vytvořeném řezu daného vzorku, který je následně osvětlován a pozorován z profilu. Kromě měření tloušťky vrstvy samotné lze také analyzovat různé vady nanesené vrstvy nebo substrátu, které mohou tloušťku ovlivňovat. Kromě optického mikroskopu lze pro měření tloušťky využít i SEM, kdy se tloušťka určí z vytvořeného rastru v počítači, nebo metodou AFM, která využívá skenovací sondy pohybující se na povrchu vrstvy, díky které lze přesně zmapovat i topografii nanesené vrstvy. [8] [23] [24]



Obrázek 3.2 Příklad pozorované tloušťky vrstvy pomocí a) AFM b) SEM [25] [26]

Kalotest – principem této metody je vybroušení kulového vrchlíku do měřené vrstvy, který se na průřezu jeví jako mezikruží. Pomocí mikroskopického pozorování se následně proměří příslušné rozměry průřezu vytvořeného důlku umožňující výpočet tloušťky vrstvy. K vytvoření důlku do povrchu se používá ocelová kulička o průměru 25mm, která je potřená brusnou diamantovou pastou a oblast, kterou lze použít pro měření, má rozsah od 1 do 100 μ m s přesností 2-4%. Metodu lze navíc použít i pro měření vrstevnatých sendvičových struktur. [27]

Interferometrie – jedná se o metodu využívající interferenci optických vln k porovnání dvou nebo více optických vlnoploch. Mezi povrchem vrstvy a povrchem substrátu se vytvoří stupeň, který vznikne rozpuštěním vrstvy na určité malé ploše nebo maskováním plochy před depozicí vrstvy. Vzniklá výška stupně se následně měří tzv. mnohosvazkovým interferometrem. Metodu lze použít pro měření tloušťky od 2nm do 2 μ m. [8]

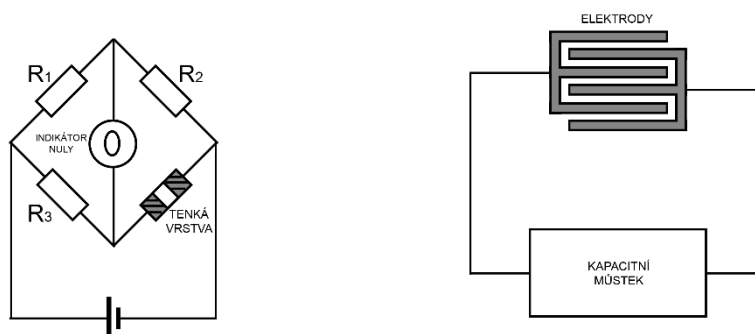
Profilometrie – metoda má totožný postup jako metoda interferometrická s tím rozdílem, že se rozdíl výšky vytvořeného stupně změří přímo pomocí profilometru. Tuto metodu je vhodné provádět na rovinném povrchu vrstvy a metodu lze použít pro měření tloušťky od 0,01 do 1000 μ m. [8]

3.4.2 Nedestruktivní metody

Jedná se o metody využívající dotekové senzory pro měření tloušťky pohybující se po povrchu vrstvy, kde patří hlavně metody váhové, elektrické, magnetické nebo ultrazvukové.

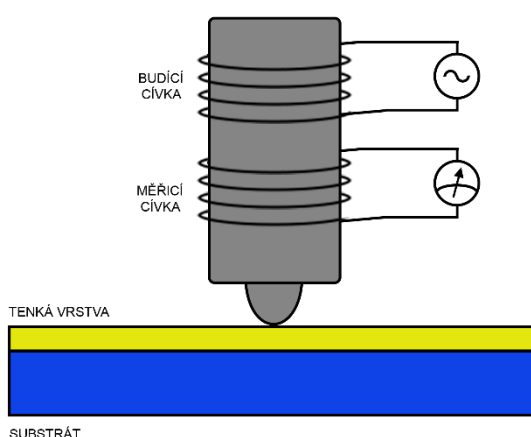
Metody váhové – tyto metody dokážou určit váhu měřené vrstvy připadající na určitou plochu, kdy se tloušťka vypočítá jako podíl hmotnosti a plochy vynásobené měrnou hmotností látky, jejíž hodnota se předpokládá jako známá. K měření lze využít jeden z několika typů mikrovah (např. Mayerovu mikrováhu). Mezi metody váhové také spadá metoda kmitajícího křemenného krystalu. Křemenný krystal je pomocí elektrod zapojen do oscilačního obvodu a kmitá na vlastní frekvenci. Napaří-li se určitá vrstva na krystal, změní se hmotnost společně s tloušťkou vrstvy a také frekvence kmitů krystalu. Tato metoda umožňuje sledovat změnu hmotnosti řádově v nanogramech a jedná se o velice citlivou metodu měření tloušťky tenké vrstvy. [2] [8]

Metody elektrické – do této skupiny se řadí tři metody, a to metoda měření elektrického odporu, měření kapacity a měření změny kvality cívky. Metoda měření elektrického odporu je vůbec jednou z nejjednodušších metod měření tloušťky tenkých kovových vrstev. U tenkých vrstev se však musí počítat s tím, že se zmenšující se tloušťkou odpor roste rychleji a tenké vrstvy s extrémně nízkou tloušťkou se chovají principiálně jinak díky své nesouvislé ostrůvkovité struktuře. Pro měření lze využít zapojení Wheatstonova můstku pro měření odporu, kdy se měřená vrstva zapojí jako jedno rameno tohoto můstku. Měření kapacity lze provádět napařením vrstvy na systém elektrod zapojených společně s kapacitním můstkem, kdy při napaření vrstvy dojde ke změně měřené kapacity. Dalším způsobem měření kapacity je pokrytí tenké dielektrické vrstvy na vodivé vrstvě další vrstvou kovu, čímž vznikne rovinný kondenzátor. Poslední metoda, tedy metoda změny kvality cívky, se provádí umístěním cívky nad tenkou vrstvou v malé vzdálenosti. Je-li nad tenkou vrstvou o určité tloušťce t ve vzdálenosti h umístěna cívka o poloměru r , kterou protéká střídavý proud, ztratí se část energie tím, že se ve vrstvě začnou budít vířivé proudy a tím se změní kvalita cívky a její rezonanční frekvence. [2]



Obrázek 3.3 Schéma zapojení a) Wheatstonova můstku pro měření el. odporu a b) kapacitního můstku s elektrodami pro měření kapacity

Metoda magnetická – nejčastěji se pro měření se používá magneticko-indukční sonda, která je ovinutá dvěma cívkami. Princip snímání tloušťky je založen na měření vzdálenosti sondy od kovového substrátu pomocí intenzity magnetického pole. Protéká-li první budící cívkou střídavý proud, kterým je cívka napájena, vzniká magnetické pole se siločarami, které procházejí druhou snímací cívkou. Tím lze ve druhé cívce indikovat měřitelný elektrický proud. Přiblíží-li se sonda k měřenému substrátu z feromagnetického materiálu (kovu), zesílí se magnetické pole první cívky a dojde ke zvětšení elektrického proudu snímací cívky, kterým lze poté určit tloušťku. [8] [23]



Obrázek 3.4 Princip metody měření tloušťky tenké vrstvy pomocí magneticko-indukční sondy

Metoda ultrazvuková – princip spočívá v umístění měřicího čidla na povrch tenkovrstvého systému, kdy se z čidla začnou generovat ultrazvukové vlny vysílané do systému. Část vlny se při přechodu z jedné vrstvy projde dál a část se odrazí zpět a je vyhodnocena měřicí jednotkou. Takto se postupně vyhodnotí všechny zpětně odražené vlny, kdy se při určování tloušťky nejvíce pomůže čas, za který se vlny vrátily zpět. [23]

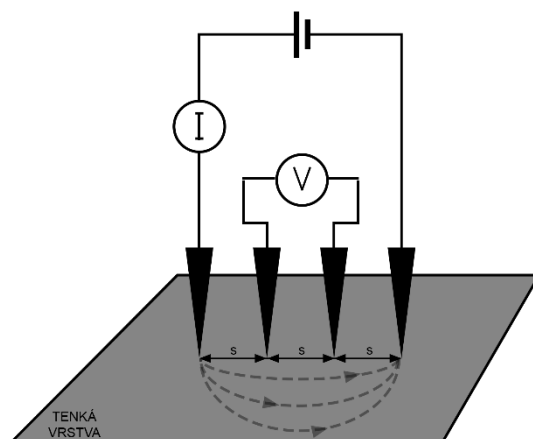
3.5 Měření dalších veličin tenké vrstvy

Kromě tloušťky se také u tenkých vrstev měří jejich elektrické veličiny jako odpor a kapacita vrstvy a také neelektrické veličiny, mezi které patří především adheze mezi vrstvou a podložkou, tvrdost a vnitřní pnutí vrstvy.

3.5.1 Elektrické veličiny

Měření elektrických veličin je převážně důležité při realizaci tenkovrstvých rezistorů a kondenzátorů, kdy tyto elektrické vlastnosti tenkých vrstev jsou hlavně závislé na jejich struktuře a také tloušťce. [2]

Měření odporu – u tenkých vrstev je odpor vrstvy charakterizován veličinou odpor na čtverec, tedy odpor čtvercové vrstvy měřený mezi dvěma protilehlými stranami. Hodnota odporu na čtverec se dá vypočítat jako podíl měrného odporu a tloušťky vrstvy. Nejpoužívanější způsob měření odporu je čtyřbodová metoda. Základním principem této metody je přiložení hrotů čtyř sond na měřenou vrstvu, přičemž přes krajní sondy je do vrstvy přiváděn proud a prostředními sondami je měřeno napětí. Pokud je odpor použitého voltmetru podstatně větší než odpor měřeného vzorku, jsou odpory přívodů voltmetru a připojených sond zanedbatelné díky malému proudu tekoucího přes voltmetr a neuplatní se ani odpor proudových sond a jejich přechodový odpor během měření. [2] [9] [28]



Obrázek 3.5 Schematické zapojení pro měření čtyřbodovou metodou

3.5.2 Neelektrické veličiny

Hlavními neelektrickými veličinami, které se v tenkovrstvé technologii měří, jsou adheze vrstvy k substrátu a vnitřní napětí ve vrstvě. Z důvodu velké závislosti stability vytvořeného tenkovrstvého systému na těchto parametrech je poslední dobou na měření těchto veličin kladen stále větší důraz. [2]

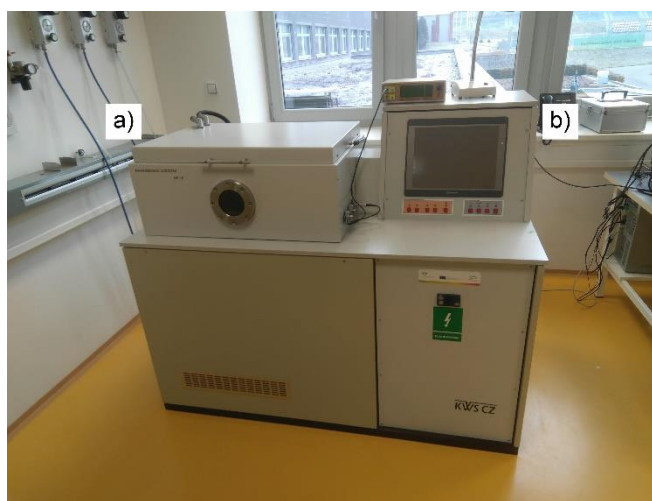
Měření adheze – provádí se pomocí zkoušek adheze, kdy je míra vazebních sil mezi vrstvou a substrátem měřena namáháním. Adhezi jako takovou je obtížné jednoznačně definovat a přiřadit fyzikální jednotku. Nabízí se definice pomocí vazební energie vztaženou na jednotku plochy, avšak tato energie je závislá na způsobu namáhání vrstvy, a proto je srovnávání adheze změřené několika různými způsoby složité. Způsoby provádění zkoušek adheze jsou: [29]

- Odtrhávací zkouška – při této zkoušce měříme sílu potřebnou k odtržení dané vrstvy o určité ploše od substrátu. Pomocí lepidla je k vrstvě přilepeno rovinné čelo tyče a na trhacím stroji se následně změří odtrhávací síla. Mezi důležité faktory ovlivňující výsledky měření patří volba vhodného lepidla a správné umístění tyče tak, aby byl zajištěn kolmý směr působení síly. Pokud během zkoušky nastalo odtržení v přechodové vrstvě, je vytvořený lom označen za adhezí, a pokud došlo k odtržení v samotném substrátu, je lom označován za kohezi.
- Zkouška mřížkovým řezem – před zkouškou se provede několik řezů substrátu tak, aby vznikla síť kolmých řezů. Po provedení těchto řezů se následně zhodnotí struktura sítě, zda jsou vytvořené řezy ostré a kolik vytvořených čtverečků se odlouplo. Podle těchto kritérií lze poté zhodnotit adhezi vrstvy pomocí určené kvalitativní stupnice.
- Vrypová zkouška (anglicky *Scratch Test*) – je považována za nejrozšířenější metodu měření adheze. Základní princip tkví ve vzájemném pohybu substrátu s měřenou vrstvou a indentoru tak, že hrot indentoru je vlečen po povrchu vrstvy se skokově nebo plynule narůstající silou F_a . Při kritickém zatížení L_c dochází pak k oddělení vrstvy od substrátu nebo k jinému poškození měřeného vzorku a právě velikost tohoto kritického zatížení je podstatná při posuzování adheze. K určení hodnoty L_c se používá několik metod jako např. optické posouzení pomocí mikroskopu, měření závislosti tečné síly působící na indentor na vnikající síle nebo měření intenzity signálu akustické emise.

Měření vnitřního napětí – nejčastěji používanou metodou tenkovrstvé technologie je statická metoda, při které je daná podložka (např. slídová) s tenkou vrstvou upevněna na jednom konci nebo je na obou koncích podepřena břity. Následně dochází k prohnutí měřeného vzorku a deformaci, při které se měří v prvním případě výchylka volného konce a v případě druhém výchylka středu. Tato výchylka se dá změřit např. interferometricky, kapacitně nebo elektromechanicky. [2]

4. OBSLUHA NAPRAŠOVACÍHO ZAŘÍZENÍ NP-12

K vytvoření tenkovrstvých vzorků je v praktické části použito magnetronové naprašovací zařízení NP-12 vyrobené na zakázku českou firmou KWS CZ s.r.o. Zařízení je schopno provádět depozici tenkých vrstev buď pomocí čistého magnetronového naprašování anebo reaktivního naprašování s využitím přivedeného reaktivního plynu do pracovního prostředí. Naprašovací zařízení NP-12 lze rozdělit na dvě hlavní části, a to na pracovní komoru a na ovládací panel s dotykovým displejem (viz. obr. 4.1).

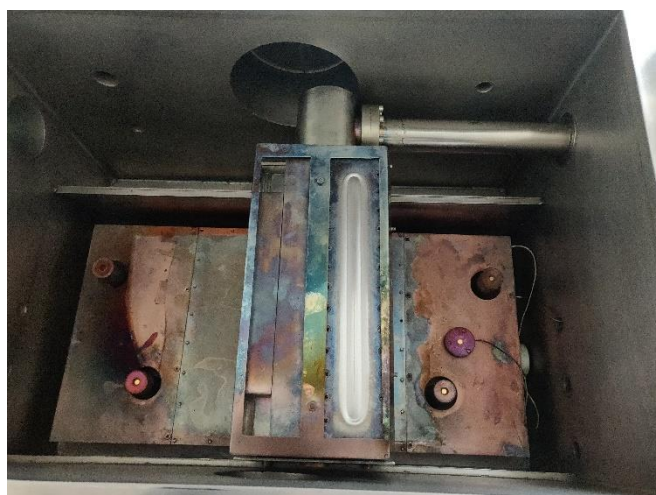


Obrázek 4.1 Naprašovací zařízení NP-12 skládající se z a) pracovní komory a b) ovládacího panelu

4.1 Popis pracovní komory

Komora je zpracována ve tvaru kvádra a skládá se z víka na vrchní části, které lze otevírat ručně, a z malého okýnka pro sledování procesu naprašování. Uvnitř komory se nachází stolek pro umístění vybraného substrátu, ve kterém jsou také umístěny křemenné krystalové mikrováhy (zkráceně QCM – Quartz Crystal Microbalance). Tyto QCM slouží pro měření tloušťky nanesené vrstvy, kdy rezonanční frekvence piezoelektrického křemenného disku této mikrováhy je ovlivněna přidáním nebo úbytkem hmoty na povrchu dvou elektrod, které jsou na napařeny na bocích disku proti sobě. [30]

V pracovní komoře se dále nachází magnetronová hlavice, kterou lze ovládat pomocí fyzických tlačítek umístěných pod dotykovým displejem v ovládací části zařízení. Hlavice obsahuje celkově 4 pozice pro umístění targetů, přičemž dva targety se umístí na jedné straně a další dva na straně druhé. V komoře se také nachází vývěva, kterou je možné aktivovat pomocí fyzického tlačítka.



Obrázek 4.2 Náhled do pracovní komory naprašovacího zařízení NP-12 na hlavici s nasazeným targetem a na vložený externí QCM krystal (vpravo)

4.2 Návod k obsluze

Před zahájením obsluhy je potřeba v menu na displeji provést kontrolu a ověřit, zda je vypnutý přívod veškerých plynů a zda je také vypnutý ohřev komory. Poté se může otevřením ventilů a tlakových lahví s jednotlivými plyny umístěných poblíž zařízení pustit přívod požadovaných plynů podle toho, zda se bude provádět čisté magnetronové nebo reaktivní naprašování.

Pomocí fyzického tlačítka „Zavzdušnění komory“ umístěného pod displejem na ovládacím panelu se aktivuje vývěva a do komory se přivede vzduch. Při hodnotě atmosférického tlaku přibližně 100kPa lze otevřít víko komory a na stolek umístit již předem připravené a očištěné substráty. Nejvhodnější pozice pro umístění substrátu je v blízkosti QCM pro přesnější měření tloušťky během depozice vrstvy (lze také umístit a použít externí QCM).

Po uložení vzorku na stolek a zavření víka se pomocí tlačítka „Start procesu“ aktivuje vývěva a dojde k odčerpání komory na přibližnou hodnotu tlaku 0,002Pa. Nyní lze v menu na dotykovém displeji nastavit veškeré potřebné parametry samotného procesu naprašování. Pro provedení výboje se musí předem nastavit pracovní vakuum přívodem pracovního plynu, který v našem případě je Argon. Tento krok lze provést v záložce „Vakuum a plyny“ nacházející se ve spodní liště. Poté se nastaví pracovní tlak v komoře, který obvykle bývá od 1Pa až po 3,5Pa. V záložce „Naprashování“ lze také zvolit jeden ze dvou režimů práce, konkrétně režim PVD I (přivedení jednoho plynu, tedy pouze argonu) a PVD II (přivedení argonu a reaktivního plynu – kyslíku).

Ve stejné záložce se také zvolí vybraný magnetron podle pozice targetu a nastaví se nominální hodnota ionizace, tedy výkon zdroje. Po nastavení požadované hodnoty výkonu a následného zapnutí zdroje provedeného softwarově je na anodu a katodu přivedeno napětí a dochází k ionizaci argonu a vytvoření plazmy. V záložce „Pojezd hlavice“ lze také ovládat a kontrolovat polohu hlavice v komoře.

V případě, že se požaduje depozice vrstvy při různých teplotách substrátu, lze využít možnosti ohřevu stolku v komoře v záložce „Řízení ohřevu a předpětí stolku“. Pokud je před začátkem obsluhy zvolen a použit pro měření tloušťky externí QCM (viz. druhý odstavec), tak je nutné, aby nebylo předpětí nastavené na plochu, kde je umístěn vzorek.

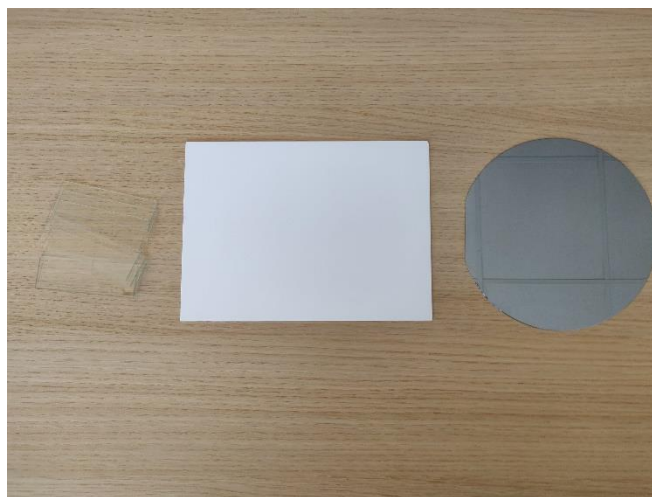
Po naprášení požadované tloušťky daného materiálu se v záložce „Naprašování“ vypne volba targetu na magnetronové hlavici (na displeji je zvolena možnost „Magnetron off“). Dále se v záložce „Vakuum a plyny“ nastaví okno „Regulace vakua“ do polohy „Vyp“ a následně se v záložce „Hlavní okno“ nastaví stav procesu do stavu „Stop procesu“. Stisknutím fyzického tlačítka „Zavzdušnění komory“ se opět provede zavzdušnění na hodnotu tlaku cca. 100kPa a lze poté otevřít víko a vyjmout hotové vzorky. V poslední fázi se zařízení vyvakuuje použitím tlačítka „Odstavení stroje“ a pokud začne blikat LED dioda s nápisem „Stop“, lze vypnout zařízení tlačítkem „Hlavní vypínač“. Přívod vzduchu a použitých plynů se vypne manuálně opět pomocí ventilů a zavřením tlakových lahví.

5. PRAKTICKÁ ČÁST

Praktická část práce se dělí na tři základní části, a to konkrétně na provedení výběru vhodných substrátů pro tenkovrstvé naprašování společně s předdepozičními přípravami, provedení depozice samotného tenkovrstvého systému pomocí naprašovacího zařízení NP-12 a na analýzu základních parametrů tohoto deponovaného tenkovrstvého systému.

5.1 Výběr substrátů a předdepoziční procesy

Seznam materiálů, ze kterých jsou substráty zhotoveny a podle kterých je výběr proveden, je popsán výše v kapitole 3.1. Pro účely této práce byly zvoleny dva substráty ze dvou základních materiálů používaných v mikroelektronickém odvětví pro tuto technologii, a to křemíkový wafer a deska z korundové keramiky nazývané také jako alumina. Pro doplnění byly ještě také použity jako třetí druh substrátu malá obdélníková sklíčka. Všechny substráty jsou zobrazeny na obrázku 5.1.



Obrázek 5.1 Použité substráty pro tenkovrstvé naprašování – sklíčka (vlevo), deska z korundové keramiky (uprostřed) a křemíkový wafer (vpravo)

V případě křemíkového substrátu je na obrázku ukázán ilustrativně celý wafer, přičemž pro samotné naprašování byly použity předem nalámané části podle os millerových indexů (v tomto případě je použit wafer typu P s orientací $\langle 111 \rangle$). Deska z korundové keramiky pak byla už ručně narážována diamantovým hrotem a rozlomena na menší destičky. V případě skla byly použity mikroskopická sklíčka, které již nebylo nutné nějak oddělovat.

Nejdůležitějším krokem při předdepozičních příprav substrátů je jejich očištění, které má velký vliv na celkovou kvalitu naprášených tenkých vrstev. V první řadě bylo provedeno odmaštění povrchu sklíček, kdy jednotlivá sklíčka byla povařena v demineralizované vodě s hydroxidem sodným. Pro účely tohoto procesu byl použit poměr 10 gramů hydroxidu sodného na 250 mililitrů demineralizované vody a teplota pro vaření byla nastavena přibližně na 150°C. Celý proces společně s použitým zařízením (magnetickou míchačkou s ohřevem) Heidolph Hei-Standard je znázorněn na obrázku 5.2.



Obrázek 5.2 Proces odmaštění skleněných substrátů v demineralizované vodě s hydroxidem sodným

Poté již následuje očištění a vyleštění povrchu všech substrátů. Pro následné porovnání vlivu čistoty na samotnou vrstvu byly zhotoveny dvě sady vzorků, kdy substráty z první sady byly očištěny ethylalkoholem a následně vyleštěny pomocí ubrousku a substráty z druhé sady byly očištěny izopropylalkoholem a byl kladen větší důraz na vyleštění povrchu. U této druhé sady byla také navíc vyzkoušena funkce čištění plazmou v samotném naprašovacím zařízení, které bylo provedeno dvěma přejedy naprašovací hlavice se zapálenou plazmou nad samotnými substráty.

5.2 Depozice vrstev

Hned po očištění a vyleštění povrchu substrátu následovala samotná depozice tenkých vrstev. Pro všechny vzorky byl zvolen testovací tenkovrstvý systém skládající se z prvků mědi a titánu, které vytvářejí tzv. „sendvičovou“ strukturu.

Prvním krokem je zapnutí samotného naprašovacího zařízení společně s povolením ventilů pro přívod vzduchu a argonu do naprašovací komory. Po zavzdušnění komory, které trvá přibližně 10 minut, je odemčeno víko komory a lze tedy pokládat jednotlivé substráty na podložní stolek v komoře. Všechny substráty jsou položeny na alobalový podklad, a to co nejbližší ke středu stolku tak, aby během naprašování byly co nejvíce kolmo vzhledem k hlavici projíždějící nad vzorky za účelem dodržení co největší rovnoměrnosti tenkých vrstev na povrchu substrátů. Targety z příslušných prvků, tedy mědi a titánu, jsou v hlavici namontovány na dvou libovolných pozicích pomocí šroubových spojů.

Následující krok je poté již odčerpání komory se vzorky, kdy hodnota vakua komory dosáhla nejnižší na hodnotu 0,048Pa, a provedení depozice, kterou lze provést dvěma způsoby. První způsob je naprašování tenké vrstvy pro každý substrát individuálně a to tak, že je prvně pomocí QCM změřena rychlost depozice příslušného targetu se zapálenou plazmou a poté se hlavice nechá umístit nad daný substrát na potřebnou dobu pro naprášení požadované tloušťky. Někdy lze pro usnadnění hodnoty charakteristické rychlosti depozice pro různé prvky při určitých parametrech nalézt v tabulkách, jak je znázorněno v tabulce uvedené níže. Druhý způsob, který je v případě této práce využit, je opakované přejíždění hlavy z jedné strany komory na druhou, kdy je daný materiál naprašován postupně na povrch všech substrátů umístěných v komoře.

Tabulka 5.1 Výčet rychlostí depozice pro některé prvky při výkonu 1,25kW [19]

Materiál	Rychlost naprašování [nm·min ⁻¹]
Al	65
Cr	60
Cu	120
Au	160
Fe	65
Mo	50
Ni	60
Pd	140
Pt	120
Ag	160
Ta	40
Ti	30

Pro naprášení tenkovrstvého systému Cu-Ti-Cu bylo využito poznatků a zkušeností z předchozích prací s naprašovacím zařízením NP-12, kdy byly zjištěny přibližné hodnoty tloušťek naprášených během jednoho přejezdu hlavice při výkonu 1kW, a to konkrétně 25nm pro měď a 12,5nm pro titan. Jako cílová tloušťka daného tenkovrstvého systému byla zvolena hodnota celkové tloušťky 600nm, která je symetricky rozdělena na 200nm pro každou vrstvu tohoto „sendviče“, tj. dvakrát 200nm pro měď a 200nm pro titan. Před depozicí jsou pak nastaveny všechny potřebné parametry, kdy bylo konkrétně zvolena hodnota pracovního vakua 2Pa, výkon zdroje (nominální hodnota ionizace) 1kW a průtok argonu 50sccm. Během procesu bylo pak provedeno 8 přejezdů hlavice pro každou vrstvu mědi a 16 přejezdů pro vrstvu titanu.



Obrázek 5.3 Náhled do komory naprašovacího zařízení NP-12 během depozice

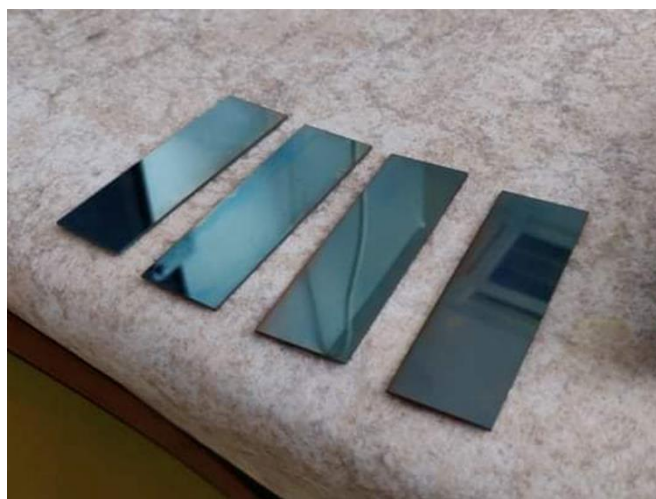
Během tohoto procesu pak nastalo pouze k jedné komplikaci, kdy při zadaných parametrech nebylo možné zapálit plazmu u titanového targetu. Pro udržení zapálené plazmy během naprašování titanovým targetem pak byla zvýšena hodnota pracovního vakua na 3Pa a výkon na 2kW. Při těchto parametrech bylo pak už možné pokračovat v samotné depozici titanové vrstvy, avšak je nutné vzít v potaz, že tyto provedené změny mohou zapříčinit např. zvýšení hodnoty konečné tloušťky.

Na závěr pak byla opět zavzdušněna komora pro odemknutí víka a vyjmutí zhotovených vzorků (výsledky depozice jsou zobrazeny na obr. 5.4). Samotné naprašovací zařízení pak bylo odstaveno a všechny ventily opět uzavřeny.



Obrázek 5.4 Pohled do komory naprašovacího zařízení NP-12 se zhotovenými vzorky pro 1. sadu

Všechny vzorky byly pak uskladněny pro jejich následnou analýzu. Z první sady bylo pak ještě vybráno několik sklíček s naprášeným tenkovrstvým systémem k tepelné úpravě v podobě zapečení vzorků v peci při teplotě 100°C po dobu 6 dnů. Tyto tepelně upravené vzorky jsou v analytické části využity pro posouzení vlivu tepelné úpravy na vlastnosti vytvořeného tenkovrstvého systému. Na obrázku 5.5 jsou sklíčka po tepelné úpravě ukázány, přičemž na první pohled si lze všimnout odlišného zbarvení povrchu důsledkem oxidace oproti čistě naprášeným vzorkům na obrázku 5.4.



Obrázek 5.5 Skleněné substráty s naprášeným tenkovrstvým systémem po zapečení

5.3 Analýza vzorků

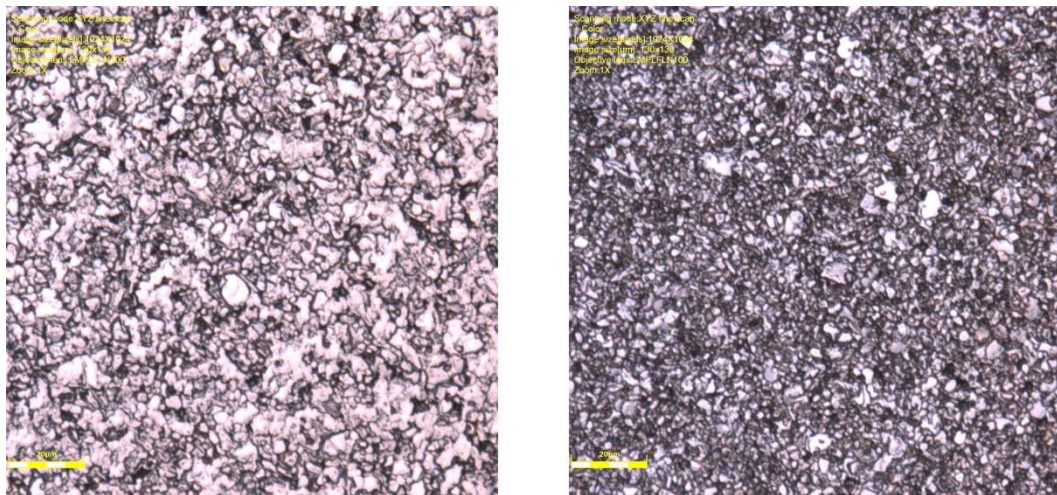
Po dokončení depozice tenkých vrstev je provedena analýza tří zřejmě nejzákladnějších parametrů, a to povrch (topologie) vrstev na daném substrátu, tloušťka tenkovrstvého systému a adheze mezi tenkovrstvým systémem a substrátem.

5.3.1 Analýza povrchu tenkovrstvého systému

Pro zkoumání topologie povrchu vrstev na daných substrátech byl využit skenovací konfokální mikroskop od společnosti Olympus, který je schopen nedestruktivně zanalyzovat a změřit povrch vzorku a také zobrazit prostorový 3D snímek tohoto povrchu.

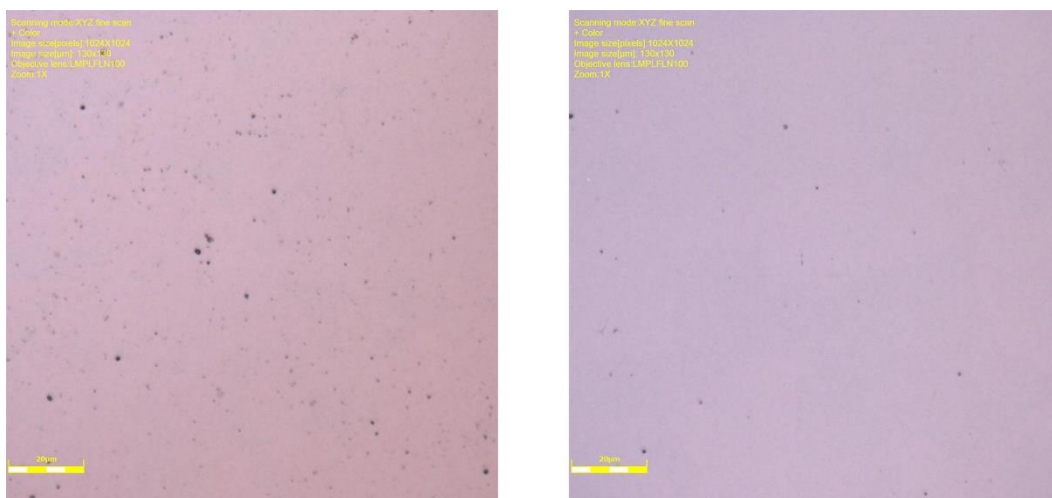
Pro tuto analýzu byly vždy zvoleny 3 vzorky z každé sady podle typu substrátu. Každý vzorek byl postupně přiložen na stolek pod objektiv mikroskopu, kdy obsluha mikroskopu je prováděna čistě jen za pomoci softwaru dodaného k danému mikroskopu výrobcem. Výsledky analýzy jsou poté zobrazeny na obrázcích níže.

První porovnání bylo provedeno mezi vzorky se substrátem z korundové keramiky. Zde nelze spatřit mezi jednotlivými vzorky nějaké výrazné rozdíly, kdy v obou případech dané tenkovrstvé systémy dle očekávání „kopírují“ drsný a zrnitý povrch keramického materiálu.



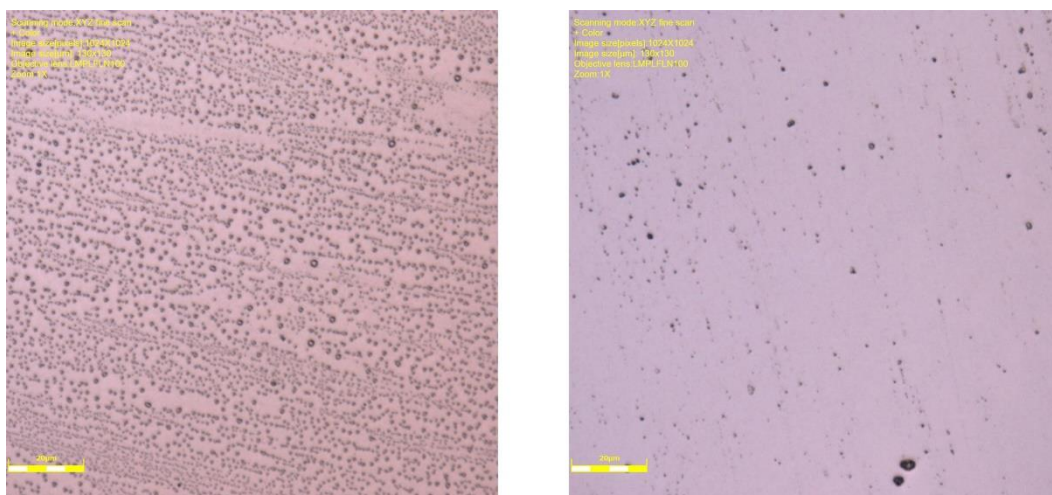
Obrázek 5.6 Snímky povrchu vzorků se substrátem z korundové keramiky z první sady (vlevo) a z druhé sady (vpravo)

Další porovnávanou dvojicí jsou skleněné vzorky, kdy se na povrchu skleněného vzorku z první sady objevuje četnější počet děr na povrchu, které dosahují hloubky přibližně v rozmezí 0,2 až 0,5 mikrometrů.



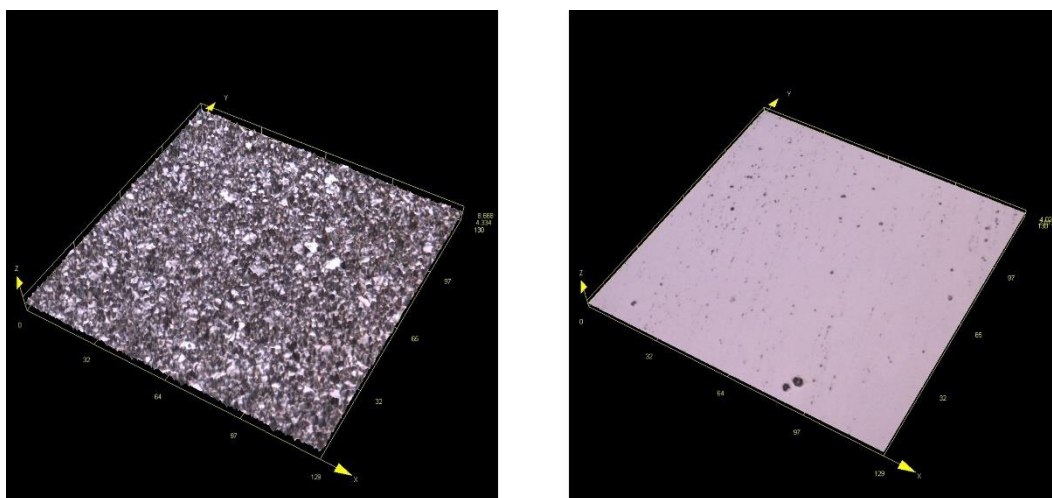
Obrázek 5.7 Snímky povrchu vzorků se substrátem ze skla z první sady (vlevo) a z druhé sady (vpravo)

Posledními porovnávanými vzorky jsou naprášené části křemíkového waferu, u kterých si lze povšimnout asi největších rozdílů, a to převážně v mnohem vyšším počtu děr na povrchu v případě vzorku z první sady, jejichž hloubka dosahuje opět hodnot řádově ve stovkách mikrometrů (od $0,1\mu\text{m}$ do $0,5\mu\text{m}$).



Obrázek 5.8 Snímky povrchu vzorků se substrátem z křemíku z první sady (vlevo) a z druhé sady (vpravo)

Pro ukázkou jsou na obrázku 5.9 renderované 3D snímky povrchu korundového substrátu, kdy lze ještě o něco trochu znatelněji zobrazit zrnitý povrch tohoto vzorku v porovnání s křemíkovým vzorkem, jehož povrch je téměř totožný s povrchem skleněného vzorku, tedy téměř rovný.

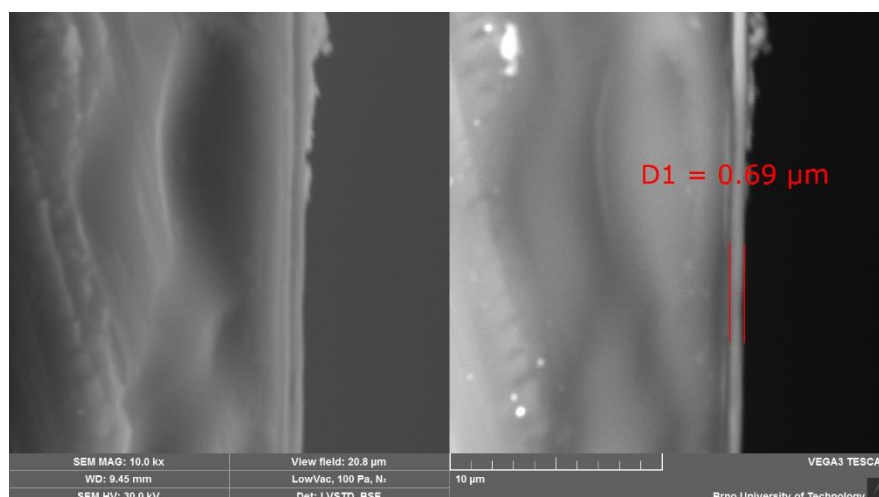


Obrázek 5.9 3D snímky povrchu vzorku z korundové keramiky (vlevo) a z křemíku (vpravo)

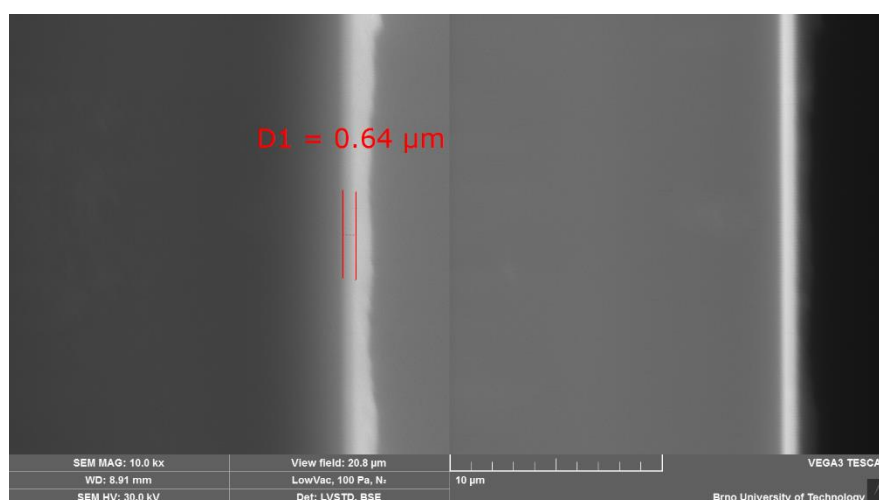
5.3.2 Analýza tloušťky tenkovrstvého systému

Tloušťka vytvořeného tenkovrstvého systému byla zkoumána pomocí rastrového elektronového mikroskopu. Pro zjišťování tloušťky byly vybrány dva skleněné vzorky, jeden vzorek z druhé sady a jeden tepelně upravený vzorek, kdy obě sklíčka byly rozřezány a rozlomeny pomocí ruční řezačky na sklo na menší stejně vysoké dílky, které pak byly namontovány na držák vzorků a vloženy do komory mikroskopu. Obsluha se opět provádí pomocí příslušného softwaru na stolním počítači, kdy je snahou pomocí daného detektoru postupným skenováním získat co nejlepší možný záběr na hranu sklíčka po provedeném lomu a následně odečíst přibližnou tloušťku.

Celkový proces měření trvá řádově desítky minut, kdy je potřeba vhodně naklonit držák se vzorkem, zabrat danou hranu vzorku a opakovaně přizpůsobovat zaostření, jas a kontrast obrazu po každém přiblížení. Nakonec byly v případě obou vzorků odečteny přibližné hodnoty tloušťky tenkovrstvého systému 690nm u prvního vzorku a 640nm u druhého, tepelně upraveného, vzorku. Oba snímky z rastrového elektronového mikroskopu jsou zobrazeny na obrázku 5.10 a 5.11.



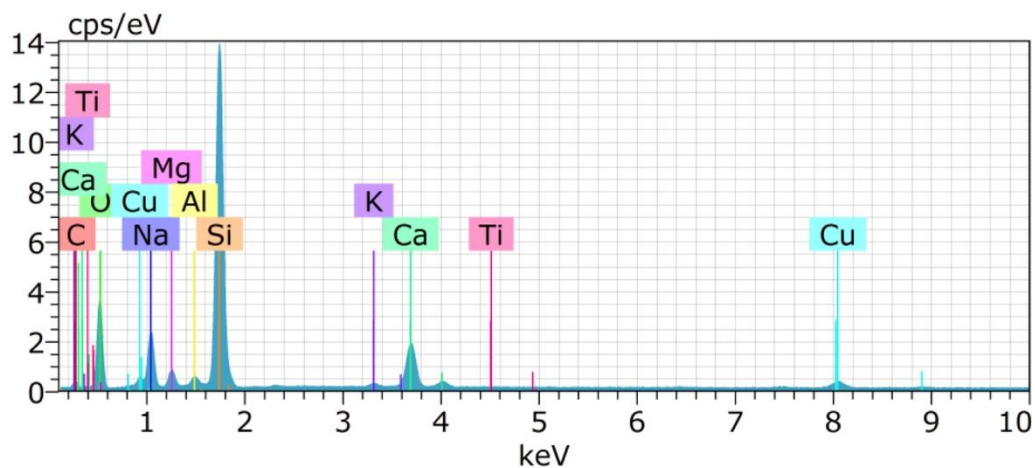
Obrázek 5.10 Snímek řezu vzorku sklíčka z první sady na rastrovacím elektronovém mikroskopu



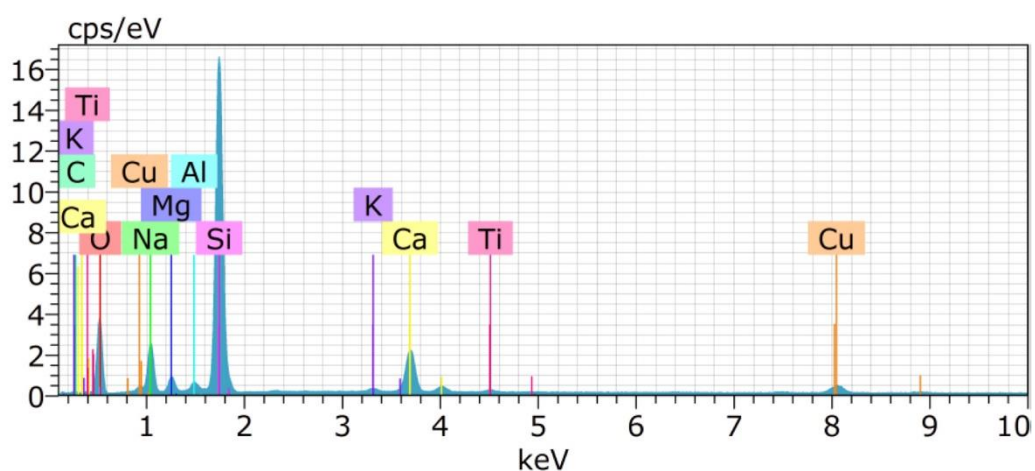
Obrázek 5.11 Snímek řezu tepelně upraveného vzorku sklíčka na rastrovacím elektronovém mikroskopu

Součástí výstupu této analýzy, tj. snímků mikroskopu, je také graf prvkové analýzy pro každý vzorek, pomocí kterého je ověřeno prvkové zastoupení daných vzorků. V obou případech lze vidět největší procentuální zastoupení u prvků, které jsou zastoupeny v samotném skleněném substrátu, konkrétně např. draslík, křemík, sodík nebo magnezium, a také u prvků vyskytujících se v samotné komoře mikroskopu, např. hliník obsažený v držáku na vzorky. Navzdory miniaturním nanometrickým rozměrům vrstev, které jsou velice obtížné pro analýzu BSE detektorem z hlediska rozlišovacích schopností, byl prvkovou analýzou zaznamenán u obou vzorků výskyt mědi, 1,25 obj.%

v případě prvního vzorku a 1,98 obj.% v případě tepelně upraveného vzorku, a u tepelně upraveného vzorku také i titan, konkrétně 0,37 obj.%.



Obrázek 5.12 Graf prvkové analýzy pro vzorek se skleněným substrátem z první sady



Obrázek 5.13 Graf prvkové analýzy pro tepelně upravený vzorek se skleněným substrátem

5.3.3 Zkouška adheze tenkovrstvého systému

Pro zkoušku adheze byla zvolena mřížková metoda popsána v kapitole 3.5.2, jenž se provádí podle platné normy EN ISO 2049 za využití příslušenství v sadě pro zhotovení této zkoušky (viz. obr. 5.14). Zkouška byla provedena na vzorcích z obou sad a pro každý druh substrátu včetně tepelně upravených sklíček s naprášeným tenkovrstvým systémem.



Obrázek 5.14 Sada pro zhotovení zkoušky adheze podle mřížkové metody

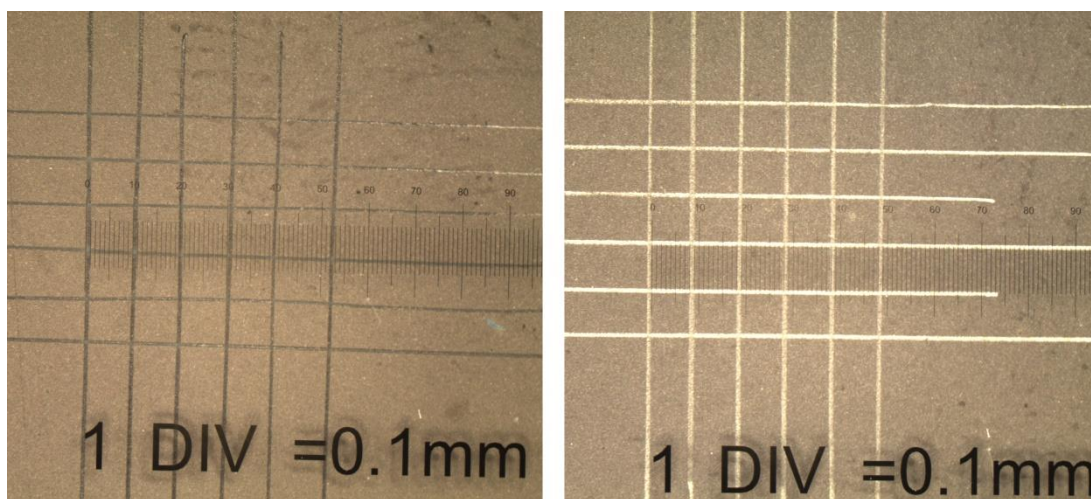
Před zahájením zkoušky bylo zkontrolováno ostří čepele tak, aby vyhovovalo dané normě, kdy v případě potřeby musí být vyměněno anebo přebroušeno. Poté bylo na povrchu každého vzorku zhotoveno podle šablony 6 svislých a 6 vodorovných řezů s roztečí 1mm, čímž se vytvořila daná mřížka. Následně byl na tuto mřížku přiložen kousek lepící pásky (konkrétní typ pásky není v normě nijak specifikován), který byl na povrchu ponechán přilepený po dobu 5 minut. V posledním kroku je páska rovnoměrným a rychlým pohybem odstraněna. Poté je výsledná kvalita mřížky vyhodnocena podle kvalitativní stupnice, která je dána normou. [31]



Obrázek 5.15 Průběh zhotovování zkoušky adheze podle mřížkové metody

Vzorky se zhotovenou mřížkou byly pak analyzovány pomocí optického mikroskopu Olympus SZ61, kdy byla ověřena kvalita hran čtverečků v mřížce, tj. zdali zůstaly hrany čtverečků neporušeny anebo zdali byly nějakým způsobem hrany a rohy opotřebovány nebo byly čtverečky úplně odloupnuty. Podle těchto kritérií byly pak výsledky zhodnoceny podle stupnice od nuly, reprezentující nejlepší výsledek zkoušky, do pěti, tedy nejhorší možnosti.

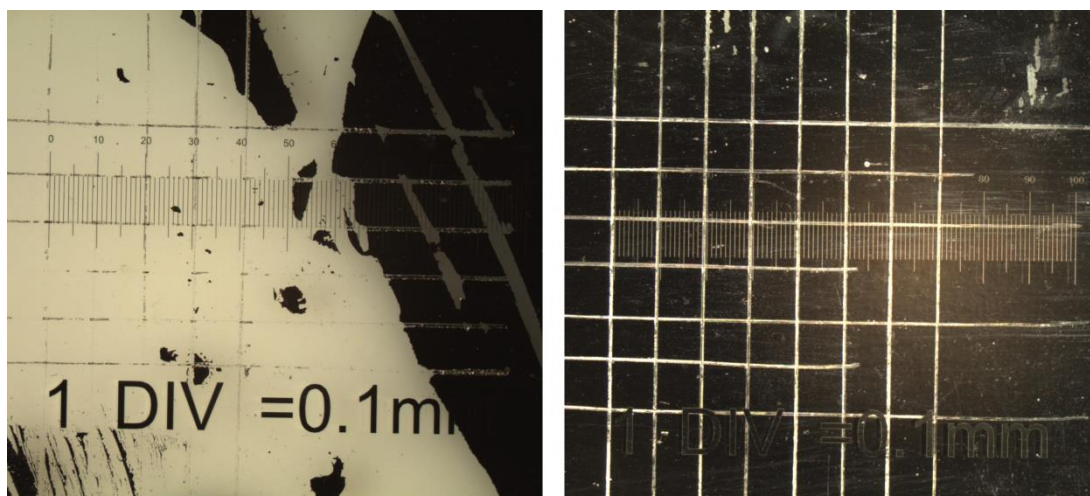
Prvně bylo porovnání provedeno na vzorcích se substrátem z korundové keramiky. Obě mřížky zůstaly na povrchu bez jakéhokoliv porušení a lze tedy posoudit, že z hlediska adhezivních vlastností se korundová keramika v porovnání s dalšími výsledky jeví jako nejlepší volba i přes nedostatečné očištění.



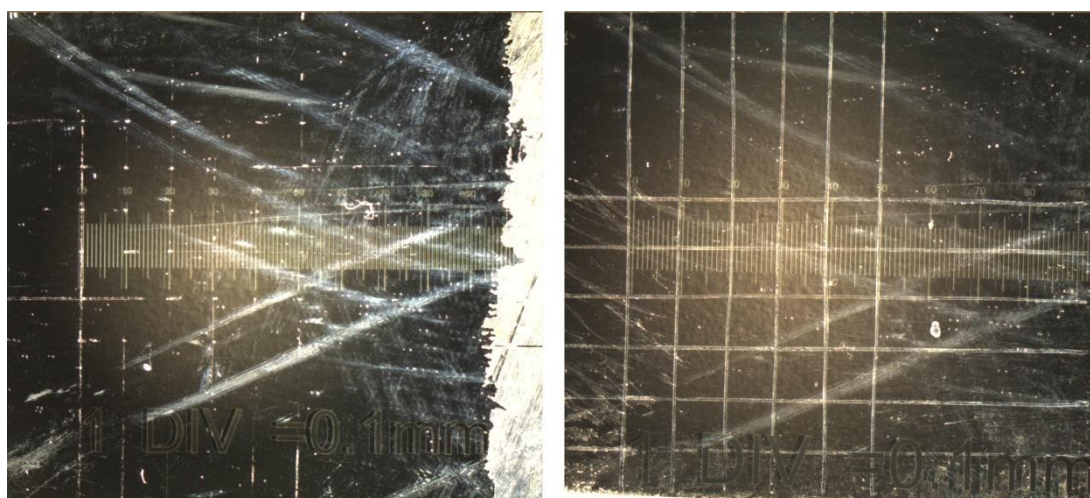
Obrázek 5.16 Porovnání výsledků zkoušky adheze podle mřížkové metody pro vzorek se substrátem z korundové keramiky z první (vlevo) a druhé sady (vpravo)

Následně byly porovnány vzorky se skleněným substrátem a křemíkovým waferem, kdy v obou případech bylo dosaženo stejných výsledků. V případě vzorků z první sady bylo dosaženo nejhoršího možného výsledku, kdy byla páskou odlepena z povrchu téměř celá nadeponovaná vrstva, a naopak u druhé sady zůstala mřížka naprosto neporušena.

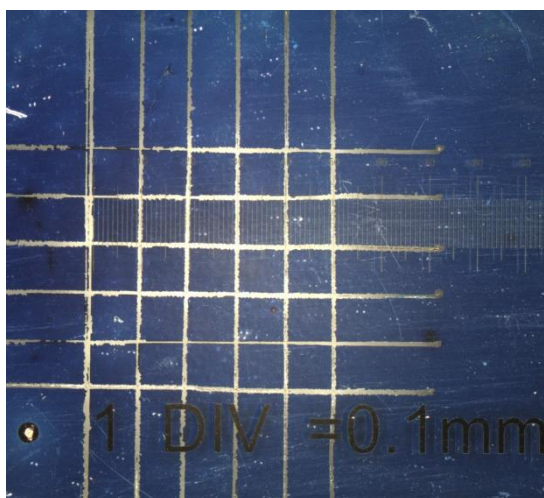
Posledním zkoumaným vzorkem bylo sklíčko se zapečeným tenkovrstvým systémem, které bylo původně zhotoveno v rámci první sady. Navzdory horšímu očištění povrchu před depozicí bylo zde dosaženo mnohem lepšího výsledku než v případě sklíčka bez tepelné úpravy a lze tedy také usoudit, že daná tepelná úprava v podobě zapečení má určitý pozitivní vliv na zlepšení adhezivních schopností vytvořeného tenkovrstvého systému.



Obrázek 5.17 Porovnání výsledků zkoušky adheze podle mřížkové metody pro vzorek se substrátem ze skla z první (vlevo) a druhé sady (vpravo)

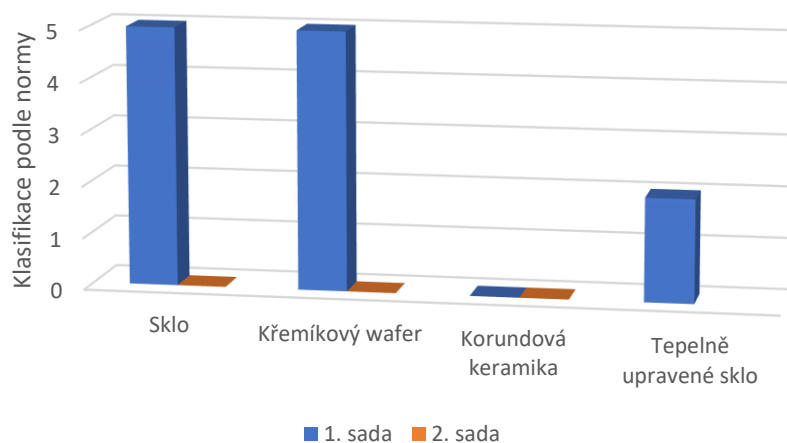


Obrázek 5.18 Porovnání výsledků zkoušky adheze podle mřížkové metody pro vzorek se substrátem z křemíku z první (vlevo) a druhé sady (vpravo)



Obrázek 5.19 Porovnání výsledků zkoušky adheze podle mřížkové metody pro tepelně upravený vzorek se substrátem ze skla z první sady

Pro úplnou přehlednost těchto výsledků za použití hodnocení vzorků podle kvalitativní stupnice danou normou byl zhotoven sloupcový graf, který je zobrazen níže.



Obrázek 5.20 Graf zobrazující výsledky zkoušky adheze podle mřížkové metody

6. ZÁVĚR

Cílem této bakalářské práce bylo obecné seznámení s technologií vytváření tenkovrstvých systémů, seznámení se s magnetronovým naprašovacím zařízením NP-12 a provedení praktické části v podobě výběru vhodných substrátů pro danou technologii, zvládnutí obsluhy zařízení společně se zhotovením několika vzorků s tenkovrstvým systémem a analyzováním jednotlivých vzorků se zaměřením se na vliv vybraných druhů substrátů na jednotlivé parametry.

V teoretické části byl probrán úvod do technologie tenkých vrstev společně s popisem jejich vlastností a také využití v různých odvětví průmyslu. Následně byly popsány nejzákladnější vakuové i nevakuové metody nanášení tenkých vrstev, přičemž pro praktickou část práce jsou nejdůležitější zapsané poznatky o metodě magnetronového naprašování. Dále se také teoretická část práce zabývala předdepozičními přípravami, kde je hlavně probírána volba vhodného substrátu pro nanášení tenkých vrstev nebo čištění substrátu, a také byly uvedeny způsoby, jakými lze analyzovat tloušťku a elektrické nebo neelektrické veličiny tenkých vrstev.

V praktické části došlo k seznámení se samotným zařízením NP-12 nacházejícím se na fakultě školy. V první řadě bylo provedeno seznámení se samotnými částmi tohoto zařízení a jejich funkcemi. K dispozici byly také i další důležité příslušenství, a to konkrétně sada targetů z různých materiálů (z wolframu, hliníku, mědi, cínu a nerezové oceli) nebo QCM krystaly pro měření tloušťky během samotné depozice. Dále byla prostudována dodaná dokumentace popisující návod na používání tohoto zařízení a všechny důležité kroky byly zaznamenány do této práce.

Následně byl proveden výběr vhodných substrátů, kdy byly zvoleny dva základní substráty používané v mikroelektronickém odvětví v podobě korundové keramiky a křemíkového waferu doplněné o skleněné substráty. Dále byly provedeny předdepoziční přípravné procesy, které zahrnovaly převážně čištění samotných substrátů pro dodržení maximální čistoty povrchu, která je pro tuto technologii naprosto zásadní. K porovnání vlivu čistoty na vzorcích byly provedeny dvě sady vzorků s odlišně provedeným čištěním vzorků, kdy první sada byla čištěna méně důkladně a druhá naopak více. K čištění substrátů bylo využito jak klasického oplachu pomocí ethylalkoholu a izopropylalkoholu, tak i funkce plazmatického čištění pomocí samotného naprašovacího zařízení v případě druhé sady. Velký důklad byl kladen na následném leštění povrchu před uložením vzorků do komory a následnou depozicí, které mohlo mít rozhodující vliv na dosažených výsledcích.

V rámci této práce byla na všech substrátech zhotovena tenkovrstvá „sendvičová“ struktura složená z celkově tří vrstev – dvě vrstvy zhotovené z mědi a jedna z titanu. Hodnota požadované tloušťky pro každou vrstvu byla stanovena na 200nm (dohromady 600nm). Každá sada byla zhotovena během jednoho běhu při nastavených hodnotách výkonu ionizace 1kW, průtoku argonu 50sccm a pracovního vakua 2Pa pro měď a výoknu 2kW a pracovního vakua 3Pa pro titan za účelem udržení konstantně zapálené plazmy během depozice. Nanášení tenkých vrstev bylo provedeno postupným přejížděním hlavice z jedné strany komory na druhou za využití dříve dosažených hodnot tloušťky po jednom přejezdu, které činí přibližně 25nm za jeden přejezd pro měď a 12,5nm za jeden přejezd pro titan. Pro měď bylo tedy provedeno 8 přejezdů a pro titan 16 přejezdů.

V poslední části práce byly analyzovány základní parametry těchto tenkovrstvých struktur, a to povrch (topologie) a adheze. Dále byla také ověřena celková tloušťka vytvořeného tenkovrstvého systému. Při zkoumání povrchu byly zaznamenány rozdíly mezi vzorky se skleněným a křemíkovým substrátem z jednotlivých sad zejména v počtu děr, které narušují povrch tenkovrstvé struktury a které dosahují hodnot hloubky zhruba v rozmezí 100 - 500nm. Rozdíly jsou znatelné také v topologii povrchu mezi drsným a zrnitým povrchem korundové keramiky a rovným povrchem sklíčka a křemíkového waferu, kdy vytvořené tenkovrstvé systémy daný povrch „kopírují“. Co se týče tloušťky, tak zde bylo měřením pomocí elektronového mikroskopu dosaženo hodnot přibližně odpovídajícím předpokladu, a to konkrétně 690nm v případně prvního zkoumaného vzorku a 640nm u vzorku druhého. Pro zkoumání tloušťky byly zvoleny vzorky se skleněným substrátem jakožto neoptimálnější volba, kdy lze na tomto substrátu jednoduše provést řez na libovolném místě pomocí ruční řezačky na sklo a lze s nejvyšší pravděpodobností např. oproti korundové keramice spatřit hranici rozmezí mezi tenkovrstvým systémem a substrátem a změřit tloušťku, jejíž hodnota by měla být zhruba stejná na všech vzorcích. V poslední fázi analytické části práce byla provedena zkouška adheze podle mřížkové metody. Při této zkoušce bylo dosaženo nejlepších výsledků u vzorků s korundovým substrátem, a to z obou zhotovených sad, kdy po odlepení pásky nebyly spatřeny žádné známky opotřebení mřížky. Avšak mezi zhotovenými sadami vzorků v případě skleněného a také křemíkového substrátu už bylo dosaženo zcela diametrálně odlišných výsledků. U vzorků z druhé, důkladněji očištěné, sady byla mřížka opět skoro neporušena a u vzorků z první sady naopak byly odlepeny téměř všechny čtverečky mřížky, což jen potvrzuje důležitost procesu čištění substrátu před depozicí. Zároveň byla také tato zkouška provedena na tepelně upraveném vzorku se skleněným substrátem z první sady, která dopadla podstatně lépe než v předchozím případě, čímž je dokázán přívětivý vliv procesu tepelné úpravy vzorku po depozici na adhezivní vlastnosti.

Dosažení ještě lepších výsledků by mohlo být samozřejmě dosaženo zajištěním ještě vyšší čistoty během celého procesu naprašování tenkých vrstev, a to např. prováděním

depozice v maximálně čisté místnosti, kdy celková kvalita deponovaných vzorků může být ovlivněna a degradována výskytem většího množství prachových částic a jiných nečistot, a také důkladnějším čištěním substrátů využitím co nejúčinnějších metod čištění. Dále lze také neustále zkoušet přenastavit jednotlivé parametry samotné depozice pro zlepšení a optimalizaci celého procesu. Parametry je však nutné částečně korigovat před každou depozicí vzhledem ke stavu jednotlivých targetů, parametrům použitých substrátů a vzhledem k dosažené hodnotě vakua v pracovním prostředí společně s celkovou čistotou. Předložená práce je tak dílčím krokem pro navazující práci zabývající se depozicí již složitějších tenkovrstvých struktur pro různé technické aplikace za využití metody magnetronového naprašování a testováním vlastností těchto tenkovrstvých systémů.

7. LITERATURA

- [1] SZENDIUCH, Ivan. *Tenké vrstvy (TV) (Thin Films) + Hybridní integrované obvody (HIO) (Hybrid Integrated Circuits)*. V Brně, 2011. Přednáška. VUT Brno.
- [2] ECKERTO VÁ, Ludmila. *Fyzika tenkých vrstev*. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1973.
- [3] OHRING, Milton. *The Materials Science of Thin Films*. San Diego (California): Academic Press, 1991. ISBN ISBN 0-12-524990-X.
- [4] RAO, M.C. a M.S. SHEKHAWAT. *A Brief Survey on Basic Properties of Thin Films for Device Application* [online]. In: . India: World Scientific Publishing Company, 2013, s. 3-6 [cit. 2021-10-16]. Dostupné z: doi:10.1142/S2010194513010696
- [5] SZENDIUCH, Ivan a Edita HEJÁTKOVÁ. *Mikroelektronika a technologie součástek - úvod do elektronického hardware (BMTS)* [online]. Elektronická skripta. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2013, 119 s. [cit. 2021-10-10].
- [6] CÍCHA, Ivan. *Aplikace tenkých vrstev v medicíně* [online]. Liberec, 2017 [cit. 2021-10-16]. Dostupné z: https://dspace.tul.cz/bitstream/handle/15240/23560/Diplomova_prace,_2017,_Ivan_Cicha.pdf. Diplomová práce. Technická univerzita v Liberci. Vedoucí práce Prof. Ing. Petr Louda, CSc.
- [7] In: *UltraSource: Your Thin Film Source* [online]. [cit. 2021-10-10]. Dostupné z: <http://www.yourthinfilmsource.com/wp-content/uploads/2017/02/ESD9566.jpg>
- [8] KUCHARÍK, Jan. *Tenkovrstvé systémy* [online]. Brno, 2020. Dostupné také z: <https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/190534/final-thesis.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Ing. Miroslav Zatloukal.
- [9] INTEL CORPORATION. *Handbook of Thin Film Deposition Processes and Techniques: Principles, Methods, Equipment and Applications*. 2nd Edition. Santa Clara (California): Noyes Publications/William Andrew Publishing, 2002. ISBN 0-8155-1442-5.
- [10] ELSEVIER. Vacuum Deposition. In: ELSEVIER. *ScienceDirect* [online]. Amsterdam [cit. 2021-10-16]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/topics/chemical-engineering/vacuum-deposition>
- [11] LIBRA, Martin. FCC PUBLIC, S.R.O. Naprašování tenkých vrstev. In: *ELEKTRO - časopis pro elektroniku* [online]. Praha, c2014-2021 [cit. 2021-10-10]. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev--14441>

- [12] KAZELLE, Jiří. *Elektrotechnické výrobní procesy* [online]. Elektronická skripta. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2018 [cit. 2021-10-10].
- [13] Naprašování. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001 [cit. 2021-10-10]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Napra%C5%A1ov%C3%A1n%C3%AD>
- [14] Magnetronové naprašování. In: *MATCA* [online]. Praha, 2021 [cit. 2021-10-16]. Dostupné z: <https://matca.cz/technologie/plazmaticke-technologie/magnetronove-naprasovani/>
- [15] ONDRÁČEK, Michal. *Tvorba motivů tenkovrstvými metodami* [online]. Brno, 2014 [cit. 2021-10-16]. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/xmlui/bitstream/handle/11012/32575/final-thesis.pdf?sequence=6&isAllowed=y>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Ing. Jiří Šubarda.
- [16] HUBÁLEK, Jaromír, Jana DRBOHLAVOVÁ, Jan PRÁŠEK, Petra BUŠINOVÁ a Mária BENDOVIÁ. *Mikrosenzory a mikroelektromechanické systémy* [online]. Elektronické skripta. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2012 [cit. 2021-10-16].
- [17] MOHYLA, Miroslav. *Technologie povrchových úprav kovů*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, 2006. ISBN 80-248-12177.
- [18] MACALÍK, Michal. *Tenkovrstvé elektrody pro elektrochromní prvky* [online]. Brno, 2009 [cit. 2021-10-16]. Dostupné z: https://www.vut.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=19917. Doktorská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. Marie Sedlaříková, CSc.
- [19] ŠAVEL, Josef. *Elektrotechnologie: Materiály a technologie v elektronice a elektrotechnice*. 1. vydání. Praha: BEN - technická literatura, 1999. ISBN 80-86056-75-9.
- [20] PODANÝ, Pavel a Antonín KŘÍŽ. *Předdepoziční procesy při výrobě tenkých vrstev* [online]. In: . [cit. 2021-11-13]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/podany_metal06.pdf
- [21] ULTRAZVUK S.R.O. Ultrazvukové čištění. In: *Ultrazvuk* [online]. Hradec Králové [cit. 2021-11-13]. Dostupné z: <https://www.ultrazvuk-sro.cz/aplikace-ultrazvuku>
- [22] STARÝ, Jiří. *Plošné spoje a povrchová montáž* [online]. Elektronická skripta. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2017 [cit. 2021-11-21].
- [23] ZÁHORSKÝ, Zbyněk. *Měření tloušťky vrstev* [online]. Brno, 2008 [cit. 2021-11-14]. Dostupné z: https://www.vut.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=9078.

- Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. Petr Beneš, Ph.D.
- [24] HANUŠ, Jan. *Měření tloušťky tenkých vrstev, drsnosti a povrchové energie*. Univerzita Karlova v Praze. Přednáška. Dostupné také z: <http://www.xray.cz/FPL124/tloustka.pdf>
 - [25] RESEARCHGATE GMBH. AFM Mapping Results. In: *ResearchGate* [online]. 2018 [cit. 2021-11-14]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/figure/AFM-mapping-results-a-3D-image-of-thin-film-with-edge-illustration-b-the-thickness_fig2_321660048
 - [26] RESEARCHGATE GMBH. SEM image of the fracture section of a TCO film deposited by magnetron sputtering over a silicon substrate, showing the typical column-like structure. In: RESEARCHGATE GMBH. *ResearchGate* [online]. 2014 [cit. 2021-11-14]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/figure/SEM-image-of-the-fracture-section-of-a-TCO-film-deposited-by-magnetron-sputtering-over-a_fig1_261141507
 - [27] *Kalotest: Charakteristika činnosti* [online]. In: . [cit. 2021-11-14]. Dostupné z: <https://www.opi.zcu.cz/kalotest.html>
 - [28] Elektrická rezistivita. In: *Katedra fyziky materiálů: Matematicko-fyzikální fakulta, Univerzita Karlova* [online]. Praha [cit. 2021-11-21]. Dostupné z: <https://www.mff.cuni.cz/cs/kfm/experimentalni-vybaveni/elektricka-rezistivita>
 - [29] NOVOTNÝ, Tomáš. *Studium mechanických vlastností tenkých vrstev* [online]. Brno, 2012 [cit. 2021-11-21]. Dostupné z: https://is.muni.cz/th/b2ea3/Novotny_Diplomova_prace.pdf. Diplomová práce. Masarykova univerzita. Vedoucí práce RNDr. Vilma Buršíková, PhD.
 - [30] Quartz Crystal Microbalance (QCM). In: *Nanoscience Instruments* [online]. Phoenix (Arizona) [cit. 2021-11-30]. Dostupné z: <https://www.nanoscience.com/techniques/quartz-crystal-microbalance/>
 - [31] ČSN EN ISO 2409. *Nátěrové hmoty - Mřížková zkouška*. Česká technická norma, 2013.

SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK

Zkratky:

CVD	Chemická depozice z par (Chemical Vapour Deposition)
PVD	Fyzikální depozice z par (Physical Vapour Deposition)
In	Indium
Al	Hliník
Tg δ	Ztrátový činitel tangens delta
Pa	Pascal
eV	Elektronvolt
GeH ₄	German (sloučenina)
UV	Ultrafialový
SEM	Rastrovací elektronová mikroskopie (Scanning Electron Microscopy)
AFM	Mikroskopie atomárních sil (Atomic Force Microscopy)
mm	Milimetr
μm	Mikrometr
nm	Nanometr
%	Procento
t	Tloušťka
h	Vzdálenost
r	Poloměr
F _a	Normálová síla
L _c	Kritické zatížení
QCM	Křemenná krystalová mikrováha (Quartz Crystal Microbalance)
LED	Elektroluminiscenční dioda (Light-Emitting Diode)