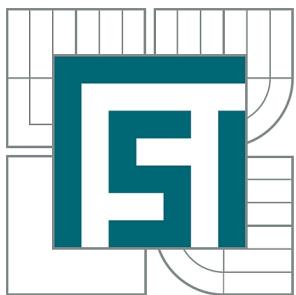




VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

ELIPSOMETRIE TENKÝCH VRSTEV

ELLIPSOMETRY OF THIN FILMS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. Zbyněk Novotný

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

RNDr. Alois Nebojsa

BRNO 2010

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav fyzikálního inženýrství

Akademický rok: 2009/2010

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Zbyněk Novotný

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Fyzikální inženýrství a nanotechnologie (3901T043)**

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

Elipsometrie tenkých vrstev

v anglickém jazyce:

Ellipsometry of Thin Films

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Principy elipsometrie. Stanovení optických parametrů tenkých i tlustých vrstev Cu a Co na Si a jejich degradaci na vzduchu. Základy AFM.

Cíle diplomové práce:

1. Sledování časového vývoje optických parametrů vrstev Cu a Co.
2. Porovnání výsledků s měřením morfologie povrchů vzorků pomocí AFM.

Seznam odborné literatury:

- [1] H. G. Tompkins, W. A. McGahan: Spectroscopic Ellipsometry and Reflectometry: a User's Guide. John Wiley & Sons, New York, 1999.

Vedoucí diplomové práce: RNDr. Alois Nebojsa

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2009/2010.

V Brně, dne 25.11.2009

L.S.

prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.
Ředitel ústavu

prof. RNDr. Miroslav Doušovec, CSc.
Děkan fakulty

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá studiem stárnutí tenkých vrstev Co a Cu na Si substrátu, připravených metodou IBAD. Proces stárnutí vrstev v závislosti na době vystavení vlivu atmosféry za pokojových podmínek je sledován spektroskopickou elipsometrií (VIS+UV) a mikroskopíí atomárních sil. V případě tenkých vrstev Co byla pozorována „inkubační doba“ trvající přibližně čtyři dny, během které dochází ke změnám v optických parametrech vrstvy bez měřitelných změn stavu topografie povrchu. Bezkontaktní mikroskopíí atomárních sil byl pozorován růst přechodové vrstvy v ostrůvkovitém režimu. V průběhu stárnutí tenkých vrstev Cu byla pozorována dvě stádia růstu přechodové vrstvy – nukleační a růstové. Oba časové úseky růstu přechodové vrstvy vykazují přímou logaritmickou závislost. Bezkontaktní mikroskopíí atomárních sil byl pozorován růst přechodové vrstvy. Časovým měřením pomocí mikroskopie atomárních sil v bezkontaktním režimu byl zdokumentován průběh tvorby jedné „monovrstvy“ přechodové vrstvy. Součástí diplomové práce byla také série experimentů prováděných ve vysokovakuové aparatuře, při kterých byla studována fázová transformace tenkých vrstev Fe (22 monovrstev) na Cu(100) stabilizovaných absorpcí CO. Transformace z fcc fáze na bcc fázi byla indukována Ar^+ iontovým svazkem s energií iontů v rozsahu (0,5 – 4) keV. Průběh transformace Fe vrstvy byl sledován povrchovým magneto-optickým Kerrovým jevem, spektroskopíí Augerových elektronů a difrakcí pomalých elektronů.

Summary

Diploma thesis deals with ageing process of thin films of Co and Cu on Si substrate, prepared by the IBAD method. The process of film ageing, which depends on time of exposition to the atmosphere at room conditions, was investigated with spectroscopic ellipsometry (VIS+UV) and atomic force microscopy. In case of thin Co films, approximately four days long „incubation period“ was observed. During this time period, a change in the optical parameters of the film occurs without a measurable change of the film topography. Using non-contact atomic force microscopy, a growth of the transitional film in the island growth regime was observed. During the ageing of thin Cu films, two stages of growth of the transitional layer were observed – nucleation stage and growth stage. Both of these time periods of the transitional layer growth show direct logarithmic dependence. Using non-contact atomic force microscopy, the growth of the transitional film was observed. Using atomic force microscopy in non-contact regime, time dependent measurement was done and the process of forming of one „monolayer“ of the transitional layer was documented. Within the diploma thesis, a series of experiments on ultra high vacuum system were performed in order to investigate phase transformation of thin Fe films (22 monolayers) on Cu(100) stabilized by CO absorption. The transformation from fcc phase to bcc phase was induced by Ar^+ ion beam bombardment with the ion energy in the range (0.5 – 4) keV. The process of phase transformation was observed by surface magneto-optic Kerr effect, Auger electron spectroscopy and low energy electron diffraction.

Klíčová slova

spektroskopická elipsometrie, mikroskopie atomárních sil, měď, kobalt, železo, tenké vrstvy, fázová transformace

Keywords

spectroscopic ellipsometry, atomic force microscopy, copper, cobalt, iron, thin films, phase transformation

NOVOTNÝ, Z.: Elipsometrie tenkých vrstev. [Diplomová práce.] Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. Počet stran 40, 1 CD-ROM. Vedoucí RNDr. Alois Nebojsa.

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci vypracoval samostatně za odborného vedení RNDr. Aloise Nebojsy. Dále prohlašuji, že všechny zdroje, ze kterých jsem čerpal, jsem uvedl v seznamu použité literatury.

V Brně dne 26. května 2010

Zbyněk Novotný

Srdečně děkuji RNDr. Aloisu Nebojsovi, který mě laskavě vedl v průběhu diplomové práce. Rovněž jsem zavázán Ing. Michalu Urbánkovi, Ph.D. za výrobu vzorků a Ing. Janu Čechalovi, Ph.D. za konzultace týkající se tenkých vrstev. Dále děkuji prof. RNDr. Tomáši Šikolovi, CSc. a celému kolektivu Ústavu fyzikálního inženýrství za příjemnou atmosféru a vždy vstřícný přístup.

Obsah

1 Úvod	3
2 Polarizované světlo	5
2.1 Maxwellovy rovnice a materiálové vztahy	5
2.2 Polarizace rovinné vlny	6
2.3 Chování rovinné vlny na rozhraní	7
3 Analýza elipsometrických spekter	9
3.1 Základní rovnice elipsometrie	9
3.2 Přímý výpočet optických konstant z elipsometrických úhlů ψ, Δ	9
3.3 Metody regresní analýzy	9
3.4 Aproximace efektivního prostředí	10
3.5 Disperzní modely dielektrické funkce	10
3.5.1 Lorentzův model	10
3.5.2 Drudeho model	11
3.5.3 Cauchyho model	11
4 Tenké vrstvy	13
4.1 Mechanismus růstu tenkých vrstev	13
4.2 Metody depozice tenkých vrstev	14
4.2.1 Napařování elektronovým svazkem	14
4.2.2 Naprašování za asistence iontových svazků	14
5 Experimentální techniky	15
5.1 Vysokovakuová aparatura	15
5.1.1 Difrakce pomalých elektronů	15
5.1.2 Povrchový magneto-optický Kerrův jev	15
5.1.3 Spektroskopie Augerových elektronů	16
5.2 Spektroskopická elipsometrie	17
5.3 Mikroskopie atomárních sil	18
6 Stárnutí Co vrstev	21
6.1 Příprava vzorků	21
6.2 Experimenty	21
6.3 Diskuse výsledků	21
6.4 Shrnutí	24
7 Stárnutí Cu vrstev	25
7.1 Příprava vzorků	25
7.2 Experimenty	25
7.3 Diskuse výsledků	26
7.4 Shrnutí	33

OBSAH

8 Systém multivrstev Co a Cu na Si	35
8.1 Příprava vzorků	35
8.2 Experimenty	35
8.3 Diskuse výsledků	35
9 Fázová transformace tenkých vrstev Fe na Cu(100)	36
9.1 Motivace	36
9.2 Příprava vzorku	36
9.3 Experiment	36
9.4 Diskuse výsledků	38
9.5 Shrnutí	39
10 Závěr	40
Literatura	41
Seznam použitých zkratek	43
Seznam příloh	44
A Topografie povrchu tenkých vrstev Co na Si v průběhu stárnutí	45
B Topografie povrchu tenkých vrstev Cu na Si v průběhu stárnutí	49

1. Úvod

Předkládanou diplomovou práci je možné rozdělit do dvou celků. Hlavní část práce se zabývá stárnutím (oxidací) tenkých vrstev Co a Cu na Si substrátu při vystavení vlivu atmosféry za pokojových podmínek. Stárnutí tenkých vrstev je sledováno spektroskopickou elipsometrií a bezkontaktní mikroskopíí atomárních sil.

Motivace pro tuto část diplomové práce byla následující: Stárnutí povrchu řady prvků (například povrch Si) začíná od okamžiku vyjmutí vzorku z vakua, přičemž stabilní vrstva nativního oxidu se vytvoří za velmi krátkou dobu (řádově minuty). Po vytvoření této stabilní vrstvy již nedochází k významným změnám na povrchu, vzorek je časově stálý a je možné na něm provádět měření po delší době bez výrazných změn morfologie a chemického složení povrchu. V případě tenkých vrstev Co a Cu řada experimentů provedená na ÚFI FSI VUT v Brně naznačovala, že k tvorbě stabilní oxidové vrstvy u těchto dvou prvků nedochází. Motivací pro tuto část diplomové práce proto bylo zdokumentovat vývoj stárnutí tenkých vrstev Co a Cu a dát do souvislosti změny morfologie povrchu se změnou v optických parametrech přechodové vrstvy. Využití výsledků této práce se nalézá v možných aplikacích použití tenkých vrstev těchto materiálů. V případě kobaltu se jedná především o magnetické aplikace (například tvorba magnetických nanostruktur, záznamová média, aplikace z oblasti spintroniky). Tenké vrstvy Cu jsou používány pro tvorbu plošných spojů, přičemž degradace těchto spojů představuje veliký problém. Tato část diplomové práce navazuje na disertační práci P. Tichopádka [16], který zkonztruoval používaný spektroskopický elipsometr, disertační práci E. Brandejsové [4], která provedla měření tenkých vrstev Co a doposud nepublikované výsledky měření A. Nebojsy na objemovém Co.

Druhá část diplomové práce vznikla v rámci šestiměsíční stáže na Technické univerzitě ve Vídni. V průběhu studijního pobytu byla prováděna série experimentů na vysokovakuové aparatuře zaměřená na modifikaci tenkých vrstev o tloušťkách v řádu nanometrů. Byla zkoumána fázová transformace tenkých vrstev Fe na povrchu Cu(100) z fcc fáze na bcc fázi. Studovaný systém velmi tenkých vrstev Fe na Cu(100) představuje ideální prototyp pro studium souvislosti mezi strukturou a magnetickými vlastnostmi. Fcc krystalická struktura vykazuje ferromagnetické vlastnosti a bcc krystalická struktura vykazuje paramagnetické vlastnosti. Tato část diplomové práce navazovala na disertační práci W. Ruppa [13], který provedl experimenty na vrstvách tenčích než 10 monovrstev. V průběhu studijní stáže byly stávající výsledky rozšířeny o měření fázové transformace na vrstvách Fe o vyšších tloušťkách (jmenovitě 22 monovrstev Fe na povrchu Cu(100)). Vrstvy byly nanášeny elektronovým svazkem a fcc krystalická struktura byla v průběhu depozice stabilizována absorpcí kysličníku uhelnatého. Fázová transformace byla indukována ostřelováním Ar^+ ionty pro energie v rozsahu (0,5 – 4) keV. V průběhu fázové transformace byly sledovány magnetické vlastnosti povrchu (povrchový magneto-optický Kerrův jev v podélném uspořádání), chemické složení povrchu (spektroskopie Augerových elektronů) a krystalická struktura povrchu (difrakce pomalých elektronů). Výsledky této části diplomové práce nacházejí využití při tvorbě záznamových paměťových médií s velmi vysokou hustotou záznamu. Modifikace původně nemagnetické Fe vrstvy na vrstvu ferromagnetickou je nejvíce žádoucí, neboť dovoluje zápis libovolného magnetického vzorku izolovaného nemagnetickými oblastmi. Pro zápis informací je možné používat fázovou

transformaci zostřeným iontovým svazkem. Zapsané informace je pak možné číst mikroskopí magnetických sil.

2. Polarizované světlo

2.1. Maxwellovy rovnice a materiálové vztahy

Maxwellovy rovnice [14] popisují všechny klasické elektromagnetické jevy. S pomocí vektoru intenzity elektrického pole \mathbf{E} , intenzity magnetického pole \mathbf{H} , elektrické indukce \mathbf{D} a magnetické indukce \mathbf{B} mohou být vyjádřeny ve tvaru

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, \quad (2.1)$$

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{j} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t}, \quad (2.2)$$

$$\operatorname{div} \mathbf{D} = \rho, \quad (2.3)$$

$$\operatorname{div} \mathbf{B} = 0, \quad (2.4)$$

kde \mathbf{j} označuje hustotu elektrického proudu a ρ objemovou hustotu elektrického náboje. Tyto dvě veličiny představují zdroje elektromagnetického pole. Ve veliké vzdálenosti od zdrojů elektromagnetického pole jsou \mathbf{j} a ρ zanedbatelně malé, a proto se při studiu optických jevů tyto veličiny v rovnicích (2.2) a (2.3) zanedbávají.

Odezva materiálového prostředí na působení elektromagnetického pole je popsána materiálovými vztahy [14], které vzájemně propojují vektory \mathbf{D} a \mathbf{E} , \mathbf{B} a \mathbf{H} , \mathbf{j} a \mathbf{E} . Tvar těchto vztahů je pro slabá pole lineární

$$\mathbf{D} = \epsilon \mathbf{E}, \quad (2.5)$$

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{H}, \quad (2.6)$$

$$\mathbf{j} = \sigma \mathbf{E}, \quad (2.7)$$

kde ϵ označuje permitivitu, μ permeabilitu a σ elektrickou vodivost materiálového prostředí. Uvažujme dále pouze homogenní a izotropní materiály. Zavedeme relativní permitivitu ϵ_r a relativní permeabilitu μ_r vztahy [14]

$$\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r, \quad (2.8)$$

$$\mu = \mu_0 \mu_r, \quad (2.9)$$

kde konstanty ϵ_0 a μ_0 označují permitivitu vakua a permeabilitu vakua. Hodnoty těchto konstant jsou rovné

$$\epsilon_0 = \frac{10^7}{4\pi c^2} [\text{Fm}^{-1}], \quad (2.10)$$

$$\mu_0 = 4\pi 10^{-7} [\text{Nm}^{-1}], \quad (2.11)$$

kde c označuje rychlosť světla ve vakuu. Při optických frekvencích je relativní permeabilita pro většinu materiálů rovna jedné. Při interakci materiálu s dopadající elektromagnetickou vlnou závisí optická odezva materiálu na energii dopadající vlny. Permitivita ϵ je pak funkci kruhové frekvence ω dopadající vlny. Jedná se obecně o komplexní funkci, označovanou jako dielektrická funkce

$$\tilde{\epsilon}(\omega) = \epsilon_1(\omega) + i\epsilon_2(\omega), \quad (2.12)$$

2.2. POLARIZACE ROVINNÉ VLNY

kde $\varepsilon_1(\omega)$ je reálná část a $\varepsilon_2(\omega)$ imaginární část dielektrické funkce. Materiály jsou často charakterizovány pomocí komplexního indexu lomu, který je definovaný jako

$$\tilde{N}(\omega) = n(\omega) + ik(\omega), \quad (2.13)$$

kde $n(\omega)$ je index lomu a $k(\omega)$ index absorpce. Komplexní index lomu $\tilde{N}(\omega)$ a dielektrická funkce $\tilde{\varepsilon}(\omega)$ jsou vzájemně svázány vztahem [14]

$$\tilde{\varepsilon}_r(\omega) = \tilde{N}^2(\omega). \quad (2.14)$$

2.2. Polarizace rovinné vlny

Polarizace je charakteristická vlastnost všech vektorových vln. Světlo je elektromagnetické povahy, a proto sdílí tuto vlastnost. Pro kompletní popis elektromagnetického pole je potřeba čtyř základních vektorových veličin: vektoru elektrické intenzity \mathbf{E} , elektrické indukce \mathbf{D} , magnetické intenzity \mathbf{H} a magnetické indukce \mathbf{B} . Pro popis stavu polarizace lze zvolit libovolnou z těchto čtyř vektorových veličin. Z čistě praktických důvodů vybereme vektor elektrické intenzity \mathbf{E} .

Uvažujme řešení soustavy Maxwellových rovnic (2.1) až (2.4) v homogenním a izotropním prostředí ve tvaru rovinné vlny, která se šíří v kladném směru osy z pravotočivého kartézského souřadnicového systému. Složky této vlny jsou [14]

$$E_x = E_{x0} \sin(kz - \omega t + \varphi_x), \quad (2.15)$$

$$E_y = E_{y0} \sin(kz - \omega t + \varphi_y), \quad (2.16)$$

kde E_x a E_y jsou složky vibrace ve směru osy x a y , ω je kruhová frekvence, t označuje čas, E_{x0} , E_{y0} , φ_x a φ_y jsou konstanty a k je vlnové číslo definované vztahem

$$k = \frac{2\pi}{\lambda}, \quad (2.17)$$

kde λ je vlnová délka dopadajícího záření.

Ze vztahů (2.15) a (2.16) lze vyloučením členu $(kz - \omega t)$ odvodit rovnici elipsy [14], kterou opisuje výslednice složek vektoru intenzity elektrického pole v rovině kolmé na směr šíření vlny

$$\left(\frac{E_x}{E_{x0}}\right)^2 - 2\frac{E_x}{E_{x0}}\frac{E_y}{E_{y0}} \cos \Delta + \left(\frac{E_y}{E_{y0}}\right)^2 = \sin^2 \Delta, \quad (2.18)$$

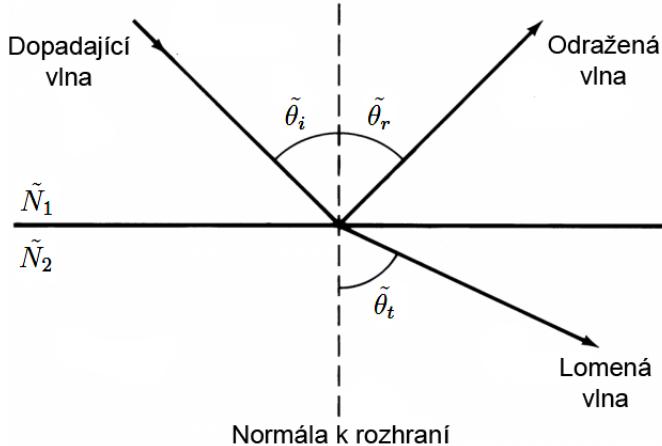
kde Δ je fázový rozdíl definovaný vztahem

$$\Delta = \varphi_y - \varphi_x. \quad (2.19)$$

Elipticky polarizované světlo představuje nejobecnější případ. Pro $E_{x0} = E_{y0}$ a $\Delta = \pm\pi/2$ se rovnice (2.18) redukuje na rovnici kružnice. V případě kladného (záporného) znaménka u koeficientu Δ světlo označujeme jako pravotočivé (levotočivé) kruhově polarizované. Pokud je Δ rovno celočíselnému násobku π , rovnice (2.18) se redukuje na rovnici přímky a světlo označujeme jako lineárně polarizované.

2.3. Chování rovinné vlny na rozhraní

Při optických měřeních je důležitá znalost chování elektromagnetické vlny na rozhraní. Při dopadu elektromagnetické vlny na rozhraní musí dojít k odrazu od rozhraní nebo průchodu dopadající vlny rozhraním. Všechna prostředí jsou považována za homogenní, izotropní a absorbuječí.



Obrázek 2.1: Odraz a lom elektromagnetické vlny na materiálovém rozhraní.

Pro odraženou vlnu platí [14]

$$\sin(\tilde{\theta}_i) = \sin(\tilde{\theta}_r), \quad (2.20)$$

kde $\tilde{\theta}_i$ označuje úhel, který svírá dopadající paprsek a normála k rozhraní. Analogicky $\tilde{\theta}_r$ označuje úhel mezi odraženým paprskem a normálou k rozhraní. Pro vlnu prošlou rozhraním platí Snellův zákon [14]

$$\tilde{N}_1 \sin(\tilde{\theta}_i) = \tilde{N}_2 \sin(\tilde{\theta}_t), \quad (2.21)$$

kde \tilde{N}_1 a \tilde{N}_2 jsou komplexní indexy lomu jednotlivých rozhraní a $\tilde{\theta}_t$ označuje úhel, který svírá prošlý paprsek s normálou k rozhraní. Všechny symboly zavedené v této části jsou znázorněny na obrázku 2.1. Dopadající, odražený i prošlý paprsek leží v jedné rovině, která je kolmá k rozhraní. Tuto rovinu nazýváme rovinou dopadu.

Označme dopadající vlnu \mathbf{E}_i a odraženou vlnu \mathbf{E}_r . V případě aproximace dokonale hladkých povrchů lze průběh elektromagnetického pole v bezprostřední blízkosti dvou polonekonečných rozhraní určit z požadavku na spojitost tečných složek vektorů \mathbf{E} a \mathbf{H} . Z definice komplexní amplitudy odrazivosti r_s pro s polarizaci (polarizace kolmá k rovině dopadu) a komplexní amplitudy odrazivosti r_p pro p polarizaci (polarizace ležící v rovině dopadu) a s využitím Snellova zákona (2.21) dostaneme Fresnelovy reflexní koeficienty ve tvaru [14]

$$r_s = \frac{E_{rs}}{E_{is}} = \frac{\tilde{N}_1 \cos(\tilde{\theta}_1) - \tilde{N}_2 \cos(\tilde{\theta}_2)}{\tilde{N}_1 \cos(\tilde{\theta}_1) + \tilde{N}_2 \cos(\tilde{\theta}_2)}, \quad (2.22)$$

$$r_p = \frac{E_{rp}}{E_{ip}} = \frac{\tilde{N}_1 \cos(\tilde{\theta}_2) - \tilde{N}_2 \cos(\tilde{\theta}_1)}{\tilde{N}_1 \cos(\tilde{\theta}_2) + \tilde{N}_2 \cos(\tilde{\theta}_1)}. \quad (2.23)$$

2.3. CHOVÁNÍ ROVINNÉ VLNY NA ROZHRANÍ

V případě studia systémů obsahujících vyšší počet rozhraní (vrstev) je pro odvození Fresnelových koeficientů pro amplitudovou odrazivost r_p a r_s výhodné použít Jonesův maticový formalismus. Návod pro výpočet Fresnelových koeficientů pro systém obsahující libovolný počet vrstev je uveden například v monografii [1].

3. Analýza elipsometrických spekter

3.1. Základní rovnice elipsometrie

Elipsometrický úhel Δ byl zaveden v rovnici (2.19). Pokud dále zavedeme elipsometrický úhel ψ , který je definovaný vztahem [14]

$$\tan \psi = \frac{E_{x0}}{E_{y0}}, \quad (3.1)$$

tak je možné tyto elipsometrické úhly ψ , Δ svázat s reflexními koeficienty r_p a r_s pomocí vztahu označovaného jako základní rovnice elipsometrie [14]

$$\tan \psi e^{i\Delta} = \rho, \quad (3.2)$$

kde

$$\rho = \frac{r_p}{r_s}. \quad (3.3)$$

Zatímco hodnota úhlu ψ je určena jednoznačně ze vztahu (3.1), pro úhel Δ platí rovnosti $\cos(\Delta) = \cos(360^\circ - \Delta)$ a $\cos(\Delta) = \cos(-\Delta)$. Libovolné hodnoty úhlu Δ tak lze použitím těchto rovností převést do intervalu $\langle 0^\circ, 180^\circ \rangle$.

3.2. Přímý výpočet optických konstant z elipsometrických úhlů ψ , Δ

Přímý výpočet optických konstant n , k (případně reálné a imaginární části dielektrické funkce ϵ_1 a ϵ_2) z naměřených elipsometrických úhlů ψ , Δ je možný pouze při studiu nejjednoduššího možného systému, kterým je jedno optické rozhraní. Optické konstanty pak lze získat řešením rovnice [19]

$$\tilde{N}_s = \tilde{N}_a \tan(\tilde{\theta}_1) \sqrt{1 - \frac{4\rho \sin^2(\tilde{\theta}_1)}{(\rho + 1)^2}}, \quad (3.4)$$

kde \tilde{N}_a je komplexní index lomu okolí, \tilde{N}_s je komplexní index lomu substrátu, $\tilde{\theta}_1$ je úhel dopadu a ρ je získáno z rovnice (3.3).

3.3. Metody regresní analýzy

V případě studia složitějších systémů (například tenká vrstva na substrátu) již přímý výpočet optických konstant není možný, pokud je nutné získat více než dva parametry (například n , k a tloušťku vrstvy při známých optických konstantách substrátu). Pak je nutné používat regresní metody [19]. Postup je obecně následující: Experimentálně je získána sada elipsometrických spekter pro několik různých úhlů dopadu. Pro studovaný systém je vytvořen vhodný model. Cílem je získat parametry modelu (optické konstanty a tloušťky vrstev) tak, aby se údaje spočítané s pomocí modelu co možná nejvíce

3.4. APROXIMACE EFEKTIVNÍHO PROSTŘEDÍ

blížily naměřeným hodnotám. Tento proces bude dále v práci označován jako fitování. Pro úspěšné fitování je důležitá volba vhodného algoritmu¹ [19]. Dále je nezbytné mít informaci o tom, jak dobře odpovídají nafitované parametry experimentálně získaným datům. Tuto informaci poskytuje střední kvadratická odchylka (MSE) [19]

$$MSE = \frac{1}{N - M} \sum_1^N \left(\frac{y_i - y(\mathbf{x}, \mathbf{a})}{\sigma_i} \right)^2, \quad (3.5)$$

kde y_i označuje experimentálně naměřené hodnoty, $y(\mathbf{x}, \mathbf{a})$ hodnoty spočítané pomocí modelu, vektor \mathbf{x} označuje všechny známé parametry modelu, vektor \mathbf{a} proměnné parametry modelu, N celkový počet bodů a M celkový počet proměnných parametrů modelu. Při fitování je cílem získat minimum funkce MSE.

3.4. Aproximace efektivního prostředí

V případě studia systémů tenkých vrstev se lze setkat s promícháním dvou materiálů v okolí rozhraní (v případě drsnosti rozhraní je jedním z těchto materiálů vzduch) nebo s přítomností oxidové vrstvy na rozhraní vzorku a okolí. Tyto případy je možné popsat pomocí approximace efektivního prostředí, která umožňuje popis materiálového prostředí složeného ze známé kombinace materiálů. Nejběžněji používaný model efektivního prostředí složeného ze dvou materiálů je Bruggemanův model [19], pomocí kterého lze dielektrickou funkci (přesnější je používat pojem pseudo-dielektrická funkce) složeného materiálu získat řešením rovnice

$$f_A \frac{\tilde{\varepsilon}_A - \tilde{\varepsilon}}{\tilde{\varepsilon}_A + 2\tilde{\varepsilon}} + f_B \frac{\tilde{\varepsilon}_B - \tilde{\varepsilon}}{\tilde{\varepsilon}_B + 2\tilde{\varepsilon}} = 0, \quad (3.6)$$

kde ε_A a ε_B jsou dielektrické funkce jednotlivých materiálů, f_A a f_B procentuální koncentrace materiálů a $\tilde{\varepsilon}$ je hledaná pseudo-dielektrická funkce.

3.5. Disperzní modely dielektrické funkce

3.5.1. Lorentzův model

Lorentzův model pro popis pevné látky používá klasický nekvantový přístup odpovídající hmotě na pružině s tlumením a buzením vnější silou. Pohyb elektronu vázaného k jádru je buzen oscilujícím elektrickým polem a dán rovnicí [19]

$$m \frac{d^2 \mathbf{r}}{dt^2} + m\Gamma \frac{d\mathbf{r}}{dt} + m\omega_0^2 \mathbf{r} = -e\mathbf{E}, \quad (3.7)$$

kde m je hmotnost elektronu a e velikost náboje elektronu. První člen rovnice (3.7) reprezentuje hmotnost a zrychlení elektrického náboje, druhý člen reprezentuje viskózní tlumení a třetí člen udává vratnou sílu způsobenou Hookovým zákonem, přičemž ω_0 udává rezonanční frekvenci. Člen na pravé straně reprezentuje časově proměnnou budící sílu. Pokud

¹Při fitování v rámci této práce byl používán Levenbergův-Marquardtův algoritmus.

3. ANALÝZA ELIPSOMETRICKÝCH SPEKTER

uvažujeme časově proměnné budící pole \mathbf{E} se závislostí $e^{-i\omega t}$ a u polohového vektoru \mathbf{r} uvažujeme stejnou časovou závislost, pak je řešením rovnice (3.7) [19]

$$\mathbf{r} = \frac{e\mathbf{E}/m}{(\omega_0^2 - \omega^2) - i\Gamma\omega}. \quad (3.8)$$

Atomová polarizovatelnost $\boldsymbol{\alpha}(\omega)$ je určena vztahem [19]

$$\boldsymbol{\alpha}(\omega) = \frac{e^2}{m} \frac{1}{(\omega_0^2 - \omega^2) - i\Gamma\omega}. \quad (3.9)$$

Pokud definujeme dielektrickou funkci ε pomocí atomové polarizovatelnosti \mathbf{P} vztahem [19]

$$\mathbf{D} = (1 + 4\pi N\boldsymbol{\alpha}) \mathbf{E}, \quad (3.10)$$

získáme dielektrickou funkci vyjádřenou pomocí atomové polarizovatelnosti ve tvaru

$$\varepsilon = 1 + \frac{4\pi Ne^2}{m} \frac{1}{(\omega_0^2 - \omega^2) - i\Gamma\omega}, \quad (3.11)$$

kde N udává počet oscilátorů na jednotku objemu. Pro více oscilátorů přejde rovnice (3.11) na tvar

$$\varepsilon = 1 + \frac{4\pi e^2}{m} \sum_i \frac{N_i}{(\omega_i^2 - \omega^2) - i\Gamma_i\omega}, \quad (3.12)$$

kde N_i udává hustotu oscilátorů ohraničených rezonanční frekvencí ω_i a platí [19]

$$\sum_i N_i = N. \quad (3.13)$$

Analýzou rovnice (3.11) lze zjistit [19], že imaginární část dielektrické funkce ε_2 je vždy kladná a přibližuje se nulové hodnotě pro frekvence mnohem vyšší než rezonanční frekvence ω . Reálná část dielektrické funkce může být kladná i záporná a konverguje k jedné pro frekvence velmi vzdálené od rezonanční frekvence ω_0 .

3.5.2. Drudeho model

Optické vlastnosti kovů mohou být v prvním přiblížení popsány pomocí Drudeho modelu [19], který představuje modifikaci Lorentzova modelu. V případě Drudeho modelu nejsou volné elektronu v kovu vázány. To se v rovnici (3.7) projeví ve vratné síle ($m\omega_0^2\mathbf{r}$) rovné nule, což je matematicky ekvivalentní nulové hodnotě rezonanční frekvence ω_0 .

3.5.3. Cauchyho model

Cauchyho model představuje empirický model pevné látky, který je možné použít pro popis neabsorbujícího, případně slabě absorbujícího materiálu (například SiO_2 , KCl) ve viditelné oblasti spektra. Index lomu a index absorpce je dán vztahy [19]

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} + \dots, \quad (3.14)$$

3.5. DISPERZNÍ MODELY DIELEKTRICKÉ FUNKCE

$$k(\lambda) = D + \frac{E}{\lambda} + \frac{F}{\lambda^3} + \dots, \quad (3.15)$$

kde A, B, C, D, E, F jsou konstanty, označované také jako parametry modelu. Cauchyho model je často používán ve variantě s indexem absorpce rovným nule ($k(\lambda) = 0$), případně jsou zanedbávány členy se čtvrtou a vyšší mocninou vlnové délky λ .

4. Tenké vrstvy

Tenká vrstva je vrstva materiálu s tloušťkou od zlomku nanometru do několika mikrometrů. Fyzikální vlastnosti tenkých vrstev se díky malé tloušťce liší od objemových vlastností materiálu, což umožňuje veliké množství praktických aplikací.

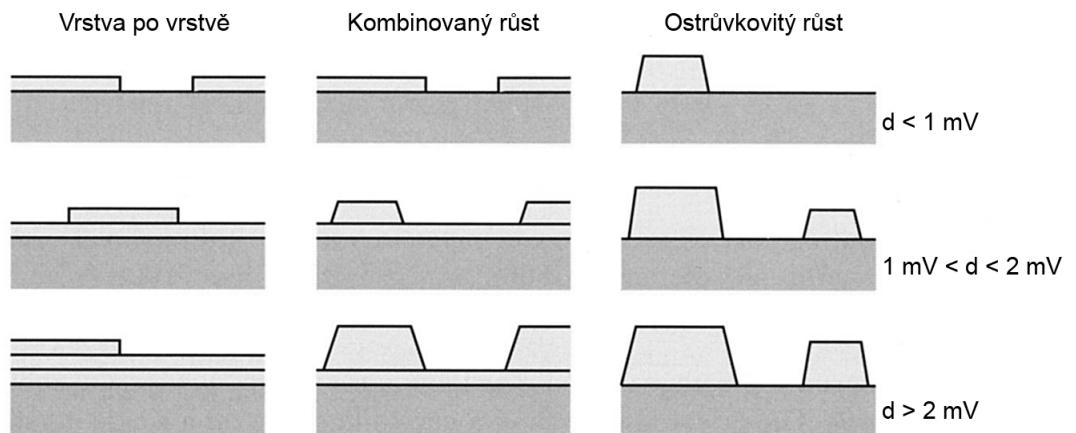
4.1. Mechanismus růstu tenkých vrstev

Růst tenkých vrstev se řídí termodynamickými zákony. Pro potřeby této práce ale postačí fenomenologický popis, který rozlišuje tři různé režimy růstu tenkých vrstev [9]. Tyto tři režimy růstu jsou znázorněny na obrázku 4.1.

Prvním režimem je růst vrstvy po vrstvě (Frankův-van der Mervův). V tomto režimu je interakce mezi substrátem a atomy vrstvy silnější než interakce mezi sousedními atomy vrstvy. Růst nové vrstvy materiálu začne v případě tohoto režimu až poté, co je dokončena vrstva předchozí.

Druhým režimem je ostrůvkovitý růst (Vollmerův-Weberův). V tomto režimu je interakce mezi sousedními atomy vrstvy silnější než interakce mezi atomy vrstvy a substrátu. Ostrůvky vznikající při růstu vrstvy v tomto režimu jsou tvořeny vícevrstvými shluky atomů adsorbovaného materiálu.

Posledním režimem je kombinovaný růst (Stranskiho-Krastanovův), který představuje kombinaci dvou výše uvedených režimů. V případě kombinovaného režimu přechází růst vrstvy po vrstvě po dosažení kritické tloušťky vrstvy do růstu ostrůvkovitého.



Obrázek 4.1: Schématické znázornění režimů růstu tenkých vrstev, přičemž d označuje tloušťku vrstvy. Převzato z [9].

4.2. METODY DEPOZICE TENKÝCH VRSTEV

4.2. Metody depozice tenkých vrstev

4.2.1. Napařování elektronovým svazkem

Napařování elektronovým svazkem (efuzní cela) je nejběžnější metodou pro přípravu tenkých vrstev v systémech pracujících s velmi vysokým vakuem (UHV). Materiál vrstvy je odpařován a jeho plynné částečky dopadají na substrát, kde kondenzují do pevného stavu.

Odpařování materiálu se děje prostřednictvím tepelně emitovaných elektronů, které jsou ze žhaveného wolframového vlákna pomocí soustředného elektrostatického pole urychlovány směrem k anodě, která má kladný potenciál. Anoda ve tvaru tyče je bombardována elektronovým svazkem a lokálně zahřívána v okolí špičky tyče. Aby bylo zamezeno odpařování nečistot usazených na ochranném plášti v okolí zahřívané tyče, je celá cela chlazena kapalným dusíkem. Po dostatečném nárůstu teploty na špičce tyče se atomy a ionty materiálu tyče začnou odpařovat a pohybovat se směrem k substrátu.

Pro nanášení tenkých vrstev v UHV podmínkách byla v rámci této diplomové práce používána trojitá efuzní cela Triple EFM od společnosti Omicron [11], která obsahovala tři nezávislé cely, žhavící vlákna a mérky toku napařovaného materiálu. Nabité částice odpařovaného materiálu byly v průběhu napařování tenkých vrstev odcloněny přídavným potenciálem, který byl větší než urychlující napětí na tyči.

4.2.2. Naprašování za asistence iontových svazků

Vzorky určené pro měření v laboratorních podmínkách byly připraveny naprašováním za asistence iontových svazků metodou IBAD¹. Vysokovakuová aparatura umístěná na ÚFI FSI VUT v Brně [8] obsahuje dva širokosvazkové iontové zdroje Kaufmanova typu. Aparatura umožňuje přípravu tenkých vrstev a multivrstev z řady materiálů (např. Co, Cu). Depozice materiálu se děje díky Ar^+ iontům, které z prvního iontového zdroje dopadají na terč vyrobený z materiálu, který má být nanášen. Po dopadu iontů na terč dochází k odprašování atomů z terče, odprášené atomy následně dosedají na substrát a vytvářejí tenkou vrstvu. Terče s odprašovaným materiélem jsou umístěny na otočném držáku a otáčením tohoto držáku lze měnit nanášený materiál a vytvářet tak multivrstvy. Aparatura dále obsahuje druhý širokosvazkový iontový zdroj, který slouží k modifikaci fyzikálních a chemických vlastností nanášené tenké vrstvy.

Pro potřeby této práce byly používány terče z Co a Cu od společnosti MaTecK GmbH. Čistota obou terčů udávaná výrobcem byla 99,9 %. Tenké vrstvy byly nanášeny s přesností 1 nm (viz měření tloušťky *in situ* reflektometrem [20]).

¹Z anglického Ion Beam Assisted Deposition.

5. Experimentální techniky

5.1. Vysokovakuová aparatura

Experimentální část této práce, která vznikla během studijního pobytu Erasmus na Technické univerzitě ve Vídni, byla prováděna na vysokovakuové (UHV) aparatuře, jejíž schéma je uvedeno na obrázku 5.1. Mezní tlak aparatury byl 10^{-9} Pa. Pro tvorbu vakua byl UHV systém vybaven turbomolekulární vývěvou a iontovou vývěvou pracující na principu odprašování Ti. Kvalita vakua byla kontrolována pomocí kvadruplového hmotnostního spektrometru a pro měření tlaku v komoře byla použita Bayardova-Alpertova měrka tlaku. UHV systém obsahoval trojitou efuzní celu Triple EFM od společnosti Omicron [11], dvě iontová děla (dělo pro odprašování materiálu a dále iontové dělo VG AG61 pro transformaci vzorku). Celý UHV systém byl vybaven několika analytickými technikami, jmenovitě: spektroskopí Augerových elektronů (AES), difrakcí pomalých elektronů (LEED), povrchovým magneto-optickým Kerrovým jevem (SMOKE) a rozptylem nízkoenergetických iontů. Analytické techniky, které byly používány v průběhu experimentů, jsou dále stručně popsány s důrazem na vlastní realizaci těchto technik v rámci aparatury.

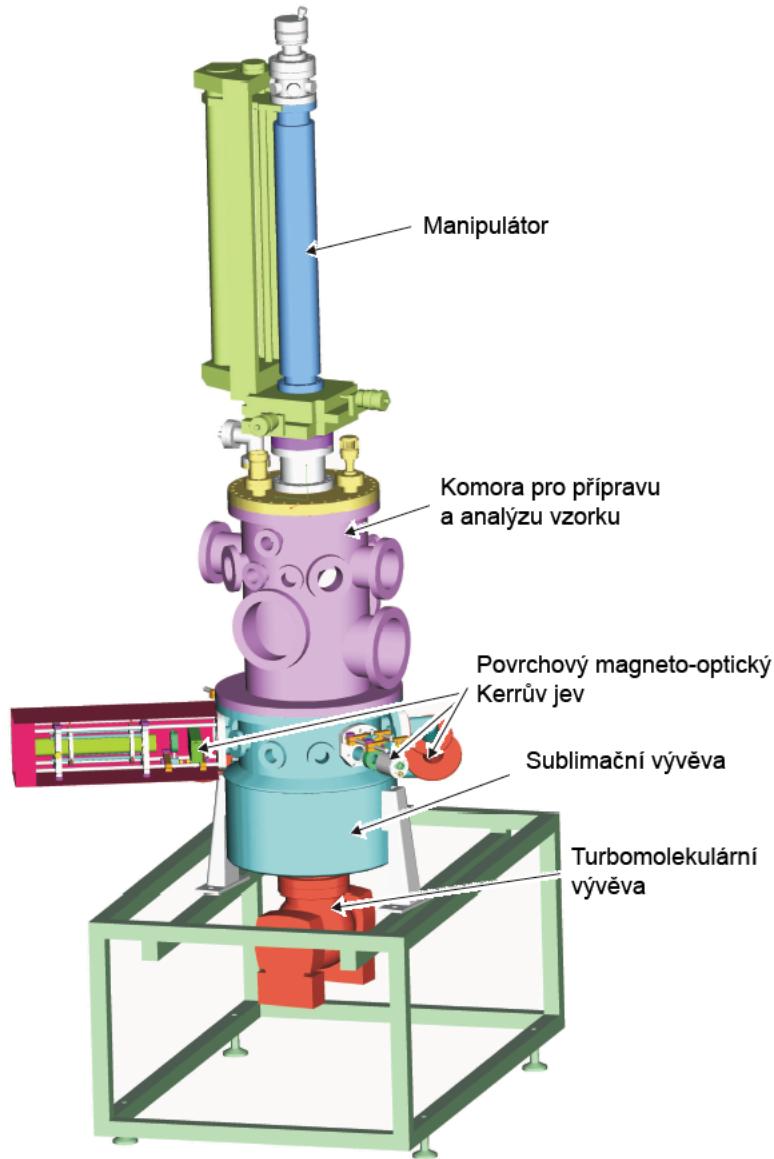
5.1.1. Difrakce pomalých elektronů

Difrakce pomalých elektronů [9] byla využívána pro analýzu krystalické struktury povrchu. Elektrony s kinetickou energií v rozsahu (0 – 200) eV dopadaly kolmo na studovaný povrch a byly elasticky rozptýleny. Na luminiscenčním stínítku byl pozorován difrakční obrazec krystalografické struktury vzorku v reciprokém prostoru. Umístění, intenzita a os-trost difrakčních stop poskytovala informaci o krystalické struktuře vzorku a o morfologii povrchu.

5.1.2. Povrchový magneto-optický Kerrův jev

Magnetické vlastnosti studovaných vzorků byly měřeny pomocí povrchového magneto-optického Kerrova jevu (SMOKE). Aparatura pro SMOKE měření na Technické univerzitě ve Vídni byla zkonstruována v rámci disertační práce [13]. Schématické znázornění jednotlivých komponent SMOKE aparatury je na obrázku 5.2. Jako zdroj světla byl použit HeNe laser pracující na vlnové délce $\lambda = 632,8$ nm. Vzorek byl umístěn pomocí manipulátoru mezi dva pólové nástavce. V závislosti na orientaci vzorku je možné měřit povrchový magneto-optický Kerrův jev v podélném režimu a v režimu označovanému jako „polar“ (viz obrázek 5.3, ve kterém je vyznačen dopadající a odražený paprsek a vektor magnetizace \mathbf{M} [13]). Záření z laseru procházelo fotoelastickým modulátorem a následně po průchodu Glanovým-Taylorovým hranolem bylo lineárně polarizováno. Po odrazu od vzorku záření procházelo druhým Glanovým-Taylorovým hranolem a intenzita záření byla měřena fotodetektorem. Celá aparatura byla řízena počítačem, stejně jako změna intenzity magnetického pole. Světlo procházelo dovnitř a ven z UHV aparatury pomocí speciálních okének. Pólové nástavce byly ke komoře připojeny pomocí příruby CF63. Vzhledem k vysoké teplotní citlivosti jednotlivých komponent SMOKE aparatury bylo nutné zajistit nejméně dvě hodiny před začátkem měření a v průběhu měření konstantní teplotu v laboratoři.

5.1. VYSOKOVAKUOVÁ APARATURA

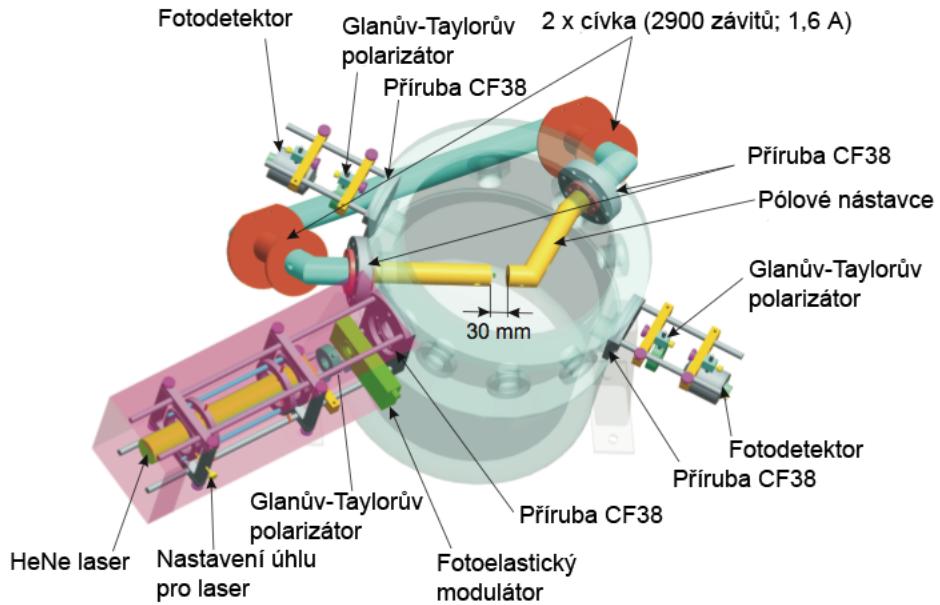


Obrázek 5.1: Schéma UHV aparatury umístěné na Technické univerzitě ve Vídni. Převzato z [13].

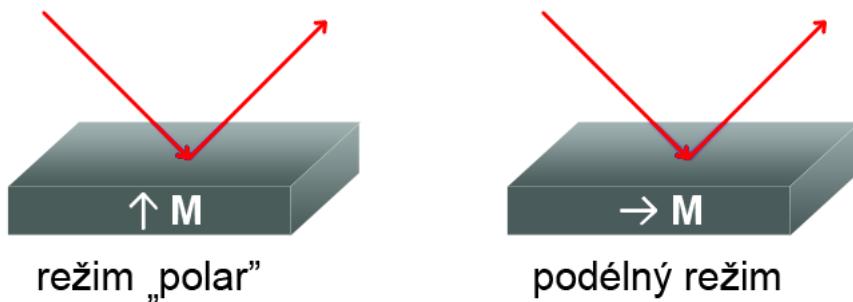
5.1.3. Spektroskopie Augerových elektronů

Spektroskopie Augerových elektronů (AES) je povrchově citlivá metoda, která umožňuje určení chemického složení povrchu. AES využívá Augerův jev [9]. Při dopadu elektronu o energii (2 – 50) keV na zkoumaný povrch dojde k vyražení elektronu z vnitřní slupky atomu a následnému přechodu elektronu z valenční slupky na vyražené místo, který je doprovázen emisí tzv. Augerova elektronu. Hloubka pod povrchem, která může být pomocí AES analyzována, je omezena energiově závislou střední volnou dráhou Augerova elektronu ((0,5 – 3) nm).

Naměřené AES spektrum zaznamenává energiovou ztrátu mezi kinetickou energií dopadajícího elektronu a kinetickou energií Augerova elektronu. Toto spektrum je následně numericky diferencováno. Energie Augerových elektronů odpovídá minimům v diferen-



Obrázek 5.2: Schéma UVH aparatury pro měření povrchového magneto-optického Kerrova jevu. Převzato z [13].



Obrázek 5.3: Povrchový magneto-optický Kerrův jev v podélném a „polar“ režimu.

vaném spektru. Intenzita, která odpovídá vzdálenosti mezi minimem a maximem píku, umožňuje určení relativní koncentrace daného prvku. Identifikace jednotlivých prvků a energetického stavu přechodů probíhá porovnáním diferencovaného spektra s tabelovanými spektry.

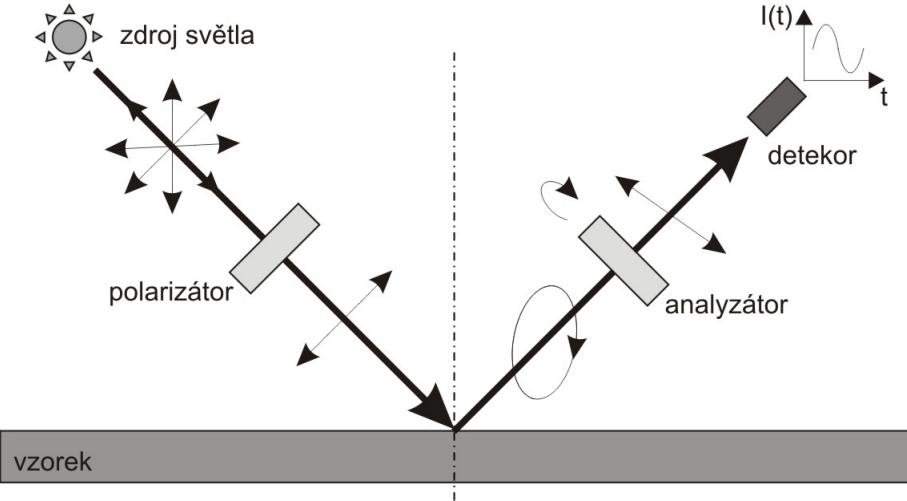
V rámci této práce byla spektroskopie Augerových elektronů používána pro kontrolu čistoty a chemického složení povrchů.

5.2. Spektroskopická elipsometrie

Spektroskopická elipsometrie [19] je optická metoda pro určení optických parametrů povrchů a tenkých vrstev. Elipsometrie pracuje na principu měření změny stavu polarizace

5.3. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL

dopadající rovinné elektromagnetické vlny po odrazu od vzorku, případně po průchodu rovinné vlny vzorkem. Mezi hlavní výhody elipsometrie patří její povrchová citlivost a také její nedestruktivnost. Spektroskopickou elipsometrií jsou určovány elipsometrické úhly ψ , Δ v závislosti na úhlu dopadu θ a energii dopadajícího záření. Hodnoty disperzní závislosti optických parametrů a tloušťky vrstev jsou pak vypočteny numerickým výpočtem. Podmínkou pro správný výpočet těchto optických konstant je vhodná volba modelu, který reprezentuje studovaný vzorek.



Obrázek 5.4: Schéma spektroskopického elipsometru v konfiguraci s rotačním analyzátorem. Převzato z [4].

V průběhu diplomové práce byl používán spektroskopický elipsometr zkonztruovaný na ÚFI FSI VUT v Brně v rámci disertační práce [16]. Schéma tohoto elipsometru v konfiguraci s rotačním analyzátorem je uvedeno na obrázku 5.4. Jako zdroj světla byl použit kombinovaný deuteriový-halogenový zdroj. Pro měření ve viditelné oblasti spektra (VIS, spektrální rozsah $(1,5 - 3,1)$ eV) byla použita halogenová žárovka a pro měření v ultrafialové oblasti spektra (UV, spektrální rozsah $(3,1 - 5,0)$ eV) byla použita deuteriová výbojka. Jako polarizátor a analyzátor byly použity Glanovy-Taylorovy hranoly (různé pro VIS a UV). Rotační analyzátor byl poháněn motorkem. Detekce světla probíhala pomocí spektrofotometru Ocean Optics S2000, který umožňoval měření intenzity světla pro energie v garantovaném rozsahu $(1,48 - 4,96)$ eV. Používaný spektroskopický elipsometr dále umožňoval zařazení kompenzátoru do detekční nebo zdrojové části, nicméně v průběhu diplomové práce nebyl kompenzátor používán.

5.3. Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil byla poprvé představena v roce 1986 [3] a je jednou z nejpoužívanějších metod pro charakterizaci povrchu pevných látek. Mikroskopie atomárních sil vychází z koncepce rastrovacího tunelovacího mikroskopu [9]. Stejně jako v případě rastrovacího tunelovacího mikroskopu je měřena změna „interakce“ mezi velmi ostrým hrotom sondy a povrchem zkoumaného vzorku. Oproti rastrovacímu tunelovému mikroskopu není požadována elektrická vodivost zkoumaného povrchu, díky čemuž je mikro-

5. EXPERIMENTÁLNÍ TECHNIKY

skopie atomárních sil univerzálnějším nástrojem. Měření probíhá diskrétně – po změření jednoho místa se sonda posune na jiné místo a měření se opakuje, až nakonec vznikne rastr měřených hodnot nad danou oblastí povrchu. Po dokončení měření je získána mapa, kterou je možné interpretovat jako mapu daných interakcí nad povrchem.

Interakce mezi atomy hrotu a povrchem vzorku popisuje semi-empirický Lennard-Jonesův potenciál [17]

$$w(r) = 4w_0 \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right], \quad (5.1)$$

kde w_0 označuje minimální energii potenciálu (nachází se ve vzdálenosti $r = 1,22\sigma$) a σ je konstanta. Ve vzdálenosti $r = \sigma$ je potenciál roven nule. Působící sílu lze získat záporně vzatou derivací potenciálu (5.1). Grafický průběh působící síly je na obrázku 5.5. Na tomto obrázku jsou vyznačeny dva režimy, ve kterých mikroskop atomárních sil může pracovat. V kontaktním režimu převládá odpudivá interakce (způsobená Pauliho vylučovacím principem). V bezkontaktním režimu (NC-AFM) převládá přitažlivá interakce dalekého dosahu, která je způsobena van der Waalsovými silami.

Nejprve popíšeme práci mikroskopu atomárních sil v kontaktním režimu. Schéma mikroskopu atomárních sil je uvedeno na obrázku 5.6. Hrot kónického nebo pyramidálního tvaru se nachází na konci pružného raménka. Pomocí piezomanipulátoru se posouvá hrot po povrchu vzorku. Změna síly mezi hrotom a povrchem vzorku je měřena pomocí odrazu laserového paprsku od raménka a je detekována čtyřsegmentovou diodou (PSPD). Kontaktní režim se dále dělí na dva módy. Pokud mikroskop pracuje v módu konstantní výšky hrotu nad povrchem, tak je signál pomocí regulátoru zpětné vazby přenášen na piezomanipulátor, který podle přiváděné velikosti signálu mění vzdálenost povrchu vzorku od hrotu. Při měření v módu konstantní výšky je vzdálenost hrotu a povrchu vzorku neměnná. Měření je pak rychlejší, ale v případě nerovných povrchů je riziko poškození hrotu. V případě obou módů je signál z PSPD přenášen do počítače, kde je z tohoto signálu získávána topografická mapa povrchu.

V bezkontaktním režimu se hrot nachází v oblasti působení přitažlivých sil ve vzdálenosti jednotek až desítek nanometrů nad povrchem. Síla působící na hrot je v bezkontaktním režimu velmi malá, proto je místo průhybu raménka měřena rezonanční frekvence raménka. Počáteční rezonanční frekvence raménka je určena v dostatečné vzdálenosti od povrchu, kde jsou síly působící na hrot vlivem potenciálu (5.1) zanedbatelné.

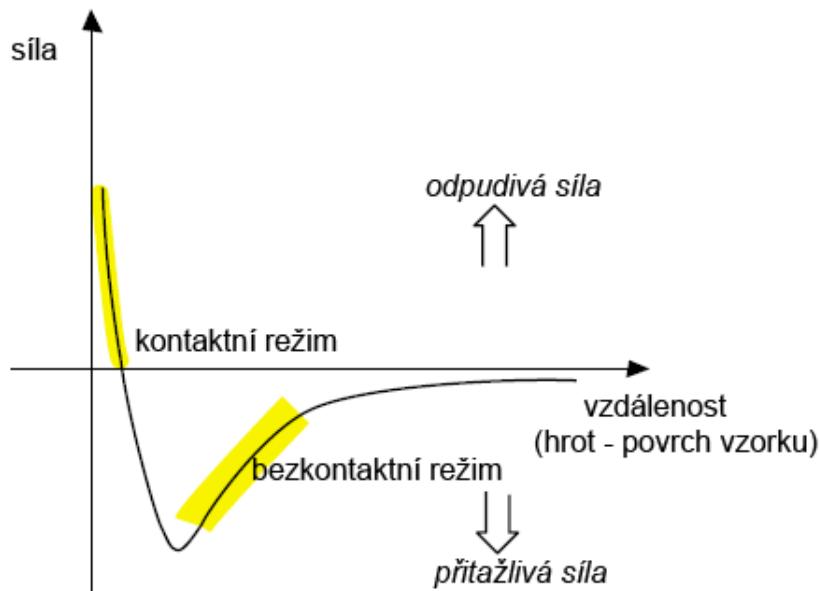
Při zpracování naměřených topografických map byla prováděna základní analýza povrchu. Na jedné straně byly zjištovány parametry drsnosti povrchu. Určována byla střední aritmetická úchylka R_a , která je definovaná vztahem [15]

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i|, \quad (5.2)$$

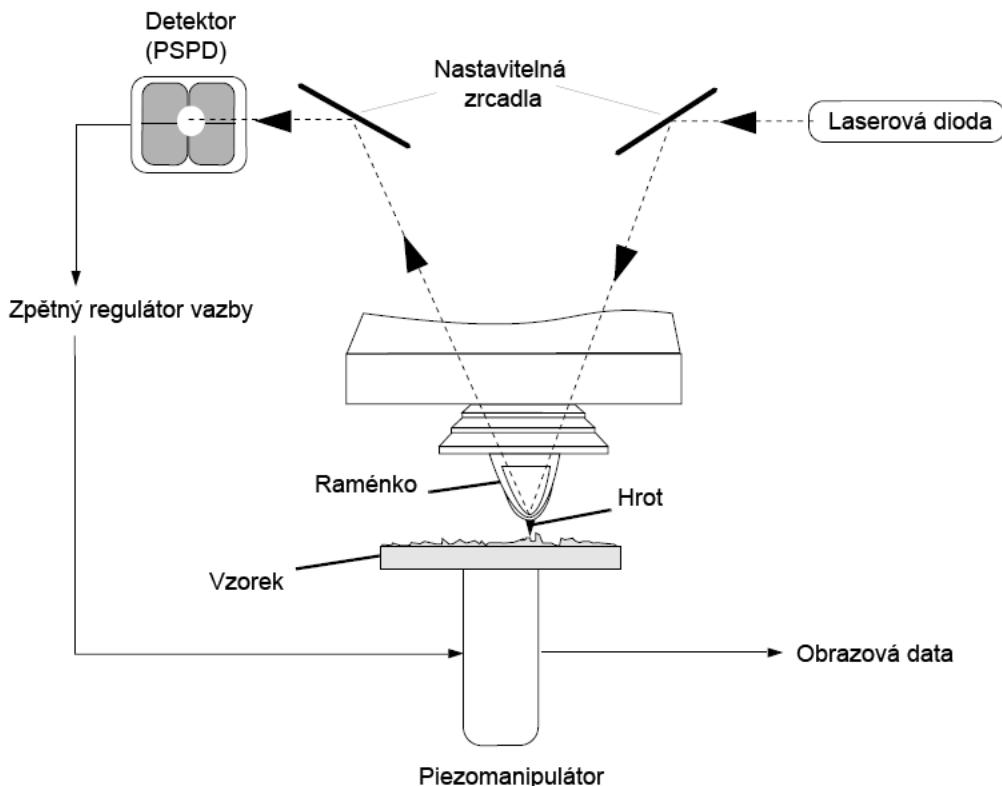
kde n udává počet měřených bodů a y_i odchylku od průměrné výšky povrchu. Dále byla zjištována veličina RMS , která byla určena vztahem

$$RMS = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2}. \quad (5.3)$$

5.3. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL



Obrázek 5.5: Závislost meziatomové působící síly na vzdálenosti. Převzato z [17].



Obrázek 5.6: Schéma mikroskopu atomárních sil. Převzato z [17].

Při analýze topografických map povrchu byly dále zjištovány mapy zaplnění

$$\text{Zaplněná plocha} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n G_i, \text{ kde } G_i = \begin{cases} 1 & \text{pro } y_i \geq h \\ 0 & \text{pro } y_i < h \end{cases}. \quad (5.4)$$

6. Stárnutí Co vrstev

6.1. Příprava vzorků

Vrstvy Co nominální tloušťky 10 nm na substrátu Si(100) byly připraveny za pokojové teploty metodou IBAD ve vysokovakuové aparatuře. Způsob čištění Si substrátu a krystalická struktura nanesených Co vrstev jsou diskutovány v disertační práci [4]. Celkem byly vyrobeny dva stejné vzorky (stejné parametry depozice). Základní pracovní tlak v komoře před depozicí nebyl určen (měrka pro tlaky nižší než $1 \cdot 10^{-3}$ Pa nepracovala správně), pracovní tlak Ar v průběhu depozice byl roven $1,4 \cdot 10^{-2}$ Pa. Čas depozice byl 2 min 22 s při urychlovacím napětí Ar^+ iontů 600 eV.

6.2. Experimenty

Vrstvy Co byly měřeny přibližně třicet minut po depozici (čas potřebný k přesunu vzorků z ÚFI FSI VUT v Brně na ÚFKL PřF MU). Na vzorcích byla provedena série in situ měření pomocí mikroskopie atomárních sil v bezkontaktním režimu a spektroskopické elipsometrie. Na jednom ze vzorků bylo provedeno časové elipsometrické měření ve viditelné oblasti spektra (spektrální rozsah (1,5 – 3,1) eV). Stárnutí vrstvy bylo sledováno po dobu 9 dní. Interval mezi jednotlivými elipsometrickými spektry byl zpočátku měření 5 minut (doba jednoho měřícího cyklu), později pak 20 minut, přičemž vzorek byl ozařován pouze v průběhu měření. Pomocí bezkontaktní mikroskopie atomárních sil byla provedena série měření stavu jednoho místa povrchu vrstvy Co na Si substrátu pro 1., 2., 4., 6.-11., 14. a 15. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek. Velikost snímané plochy byla $1 \times 1 \mu\text{m}^2$.

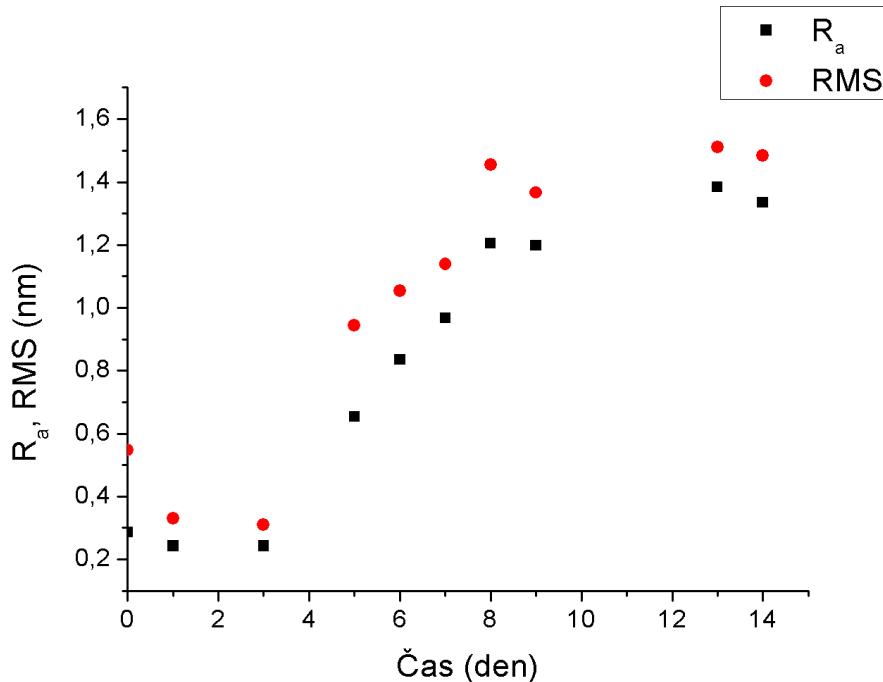
6.3. Diskuse výsledků

Topografické mapy průběhu stárnutí povrchu tenkých vrstev Co na Si jsou umístěny v příloze této práce. Tato měření ukazují, že povrch Co vrstev po depozici kopíruje povrch Si substrátu. Střední odchylka od průměrné výšky povrchu (R_a) dosahovala v prvních čtyřech dnech hodnot přibližně 0,3 nm. Průběh R_a v závislosti na době stárnutí tenkých vrstev Co je uveden na obrázku 6.1. Pro doplnění je na stejném obrázku uvedena také střední kvadratická odchylka od průměrné výšky povrchu (RMS). Z grafu vyplývá existence „inkubační doby“ (přibližně 4 dny), po kterou není bezkontaktní mikroskopí atomárních sil pozorována změna stavu povrchu vrstvy.

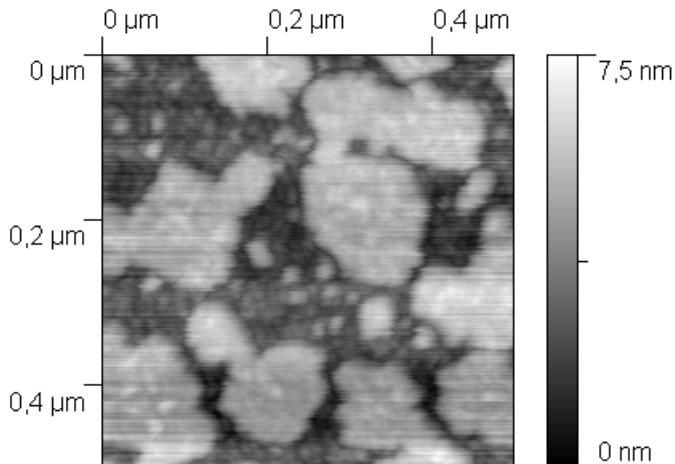
Po uplynutí „inkubační doby“ byl pozorován ostrůvkovitý růst přechodové vrstvy na původně čistém povrchu Co. Tento režim růstu přechodové vrstvy dokumentuje obrázek 6.2, na kterém je zobrazena topografie povrchu vrstvy Co na Si po 15 dnech vystavení vlivům atmosféry za pokojových podmínek.

Topografické mapy byly dále analyzovány v programu WSxM verze 3.0 [6]. Byly získány mapy zaplnění, tj. kolik procent povrchu má výšku větší či rovnou zadané hodnotě. Průběh map zaplnění v závislosti na době stárnutí tenké vrstvy je uveden na obrázku 6.3.

6.3. DISKUSE VÝSLEDKŮ

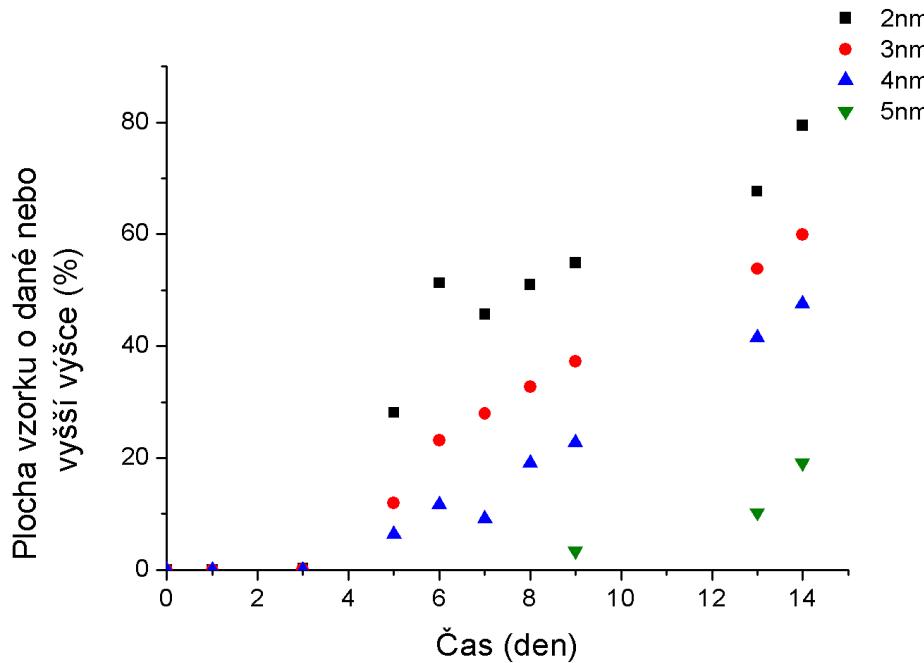


Obrázek 6.1: R_a , RMS v závislosti na době stárnutí tenkých vrstev Co na Si, měřeno metodou NC-AFM.

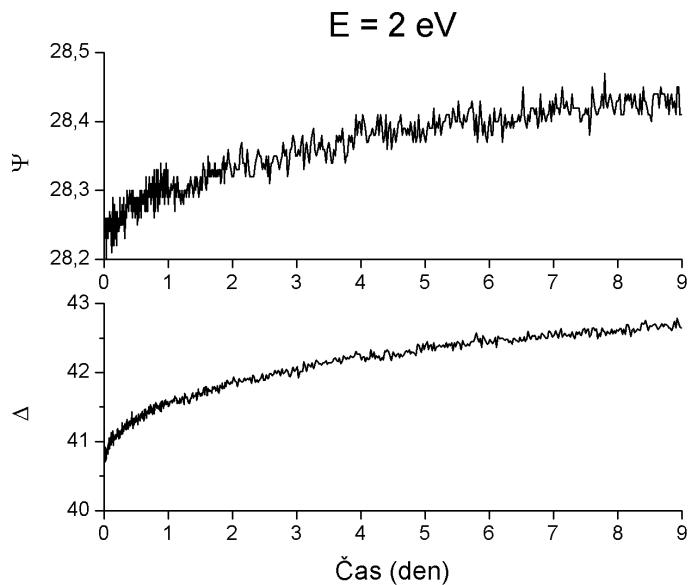


Obrázek 6.2: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy Co na Si po 15 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek.

Stárnutí tenkých vrstev Co bylo spektroskopickou elipsometrií měřeno ve viditelné oblasti spektra. Byly tak rozšířeny výsledky disertační práce [4], ve které byla provedena elipsometrická měření na stejném vzorku pro ultrafialovou oblast spektra (3,1 – 5,0) eV. Spektroskopickou elipsometrií ve viditelné oblasti byly pozorovány změny elipsometrických spekter již od začátku měření (stárnutí) vrstvy (viz obrázek 6.4).



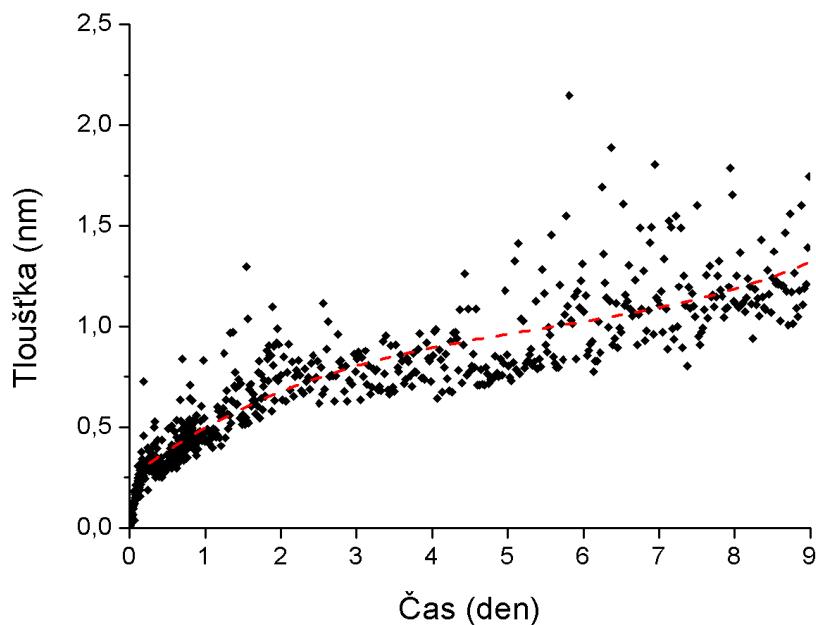
Obrázek 6.3: Mapy zaplnění pro vybrané výšky v závislosti na době stárnutí tenké vrstvy Co na Si.



Obrázek 6.4: Časový vývoj elipsometrických úhlů ψ , Δ v závislosti na době stárnutí tenké vrstvy Co na Si pro energii 2 eV.

Dále bylo provedeno fitování tloušťky přechodové vrstvy v závislosti na době vystavení vrstvy Co atmosférickým vlivům za pokojových podmínek. Pro popis vzorku byl použit model tvořený tenkou povrchovou přechodovou vrstvou a vrstvou Co na Si substrátu. Při fitování byly zafixovány optické parametry Si substrátu a tenké vrstvy Co. V případě vrstvy Co byly použity optické parametry získané měřením ihned po na-

6.4. SHRNUTÍ



Obrázek 6.5: Vypočtená tloušťka povrchové přechodové vrstvy v závislosti na době stárnutí tenkých vrstev Co, určeno elipsometrickou metodou. Přerušovaná čára (polynom 3. stupně) je uvedena pro snadnější orientaci v grafu.

nesení vrstvy [4]. Tloušťka Co vrstvy a přechodové vrstvy byla proměnná, stejně jako n a k neznámé přechodové vrstvy (použit Lorentzův disperzní model). Vypočtený průběh tloušťky povrchové přechodové vrstvy v závislosti na době stárnutí tenké vrstvy Co je uveden na obrázku 6.5. Z časového vývoje je patrné, že změna tloušťky přechodové vrstvy nastává již během prvních hodin po vyjmutí vzorku z vakuové aparatury. Nárůst této přechodové vrstvy způsobuje výrazné změny v pozorovaných elipsometrických spektrech celého systému (viz obrázek 6.4).

6.4. Shrnutí

Srovnání topografických měření z mikroskopie atomárních sil a elipsometrických měření vede k závěru, že během „inkubační doby“ dochází ke změnám v optických parametrech Co vrstvy, které je možné pozorovat spektroskopickou elipsometrií, bez měřitelných změn stavu topografie povrchu při pozorování bezkontaktní mikroskopie atomárních sil. Elipsometrie zaznamenává změny související se změnami vrstvy (změna chemického složení, například tvorba oxidové vrstvy), které ovšem nevedou ke vzniku měřitelných změn morfologie povrchu. Optické metody mnohem citlivěji reagují na vznik přechodové vrstvy a významně tak doplňují topografická měření na tenkých vrstvách Co metodou bezkontaktní mikroskopie atomárních sil.

7. Stárnutí Cu vrstev

7.1. Příprava vzorků

Byly vyrobeny dva typy vzorků – tlustá vrstva a tenké vrstvy Cu na substrátech Si(100). Způsob čištění Si substrátu je popsán v disertační práci [4]. Všechny vzorky byly vyrobeny naprašováním za asistence iontových svazků metodou IBAD za pokojové teploty.

Prvním typem vzorku byla tlustá vrstva Cu o jmenovité tloušťce 100 nm na Si substrátu. Základní pracovní tlak v komoře před depozicí byl roven $4 \cdot 10^{-5}$ Pa, pracovní tlak Ar v průběhu depozice byl $1,2 \cdot 10^{-2}$ Pa. Čas depozice byl 8 min 50 s při urychlovacím napětí Ar^+ iontů 600 eV.

Dále byla vytvořena série vzorků tenkých vrstev Cu o jmenovité tloušťce 10 nm na Si substrátech. Pro všechny vzorky z této série bylo použito urychlovací napětí Ar^+ iontů 600 eV. Ostatní parametry depozice, které se pro jednotlivé vzorky ze série lišily, jsou uvedeny v tabulce 7.1.

Datum	p_0 (Pa)	p_w (Pa)	Čas depozice (s)
2.9.2008	$5,6 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-2}$	50
5.1.2009 (série A)	$3,2 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$	64
13.7.2009 (série B)	$4 \cdot 10^{-4}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$	61
22.9.2009 (série C)	$8,4 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-2}$	66

Tabulka 7.1: Parametry depozice vzorků 10 nm Cu na Si, kde p_0 udává základní tlak v komoře a p_w udává pracovní tlak v komoře po napuštění Ar.

7.2. Experimenty

Vrstvy Cu byly měřeny přibližně třicet minut po depozici (čas potřebný k přesunu vzorků z ÚFI FSI VUT v Brně na ÚFKL PřF MU). Na vzorcích byla provedena série in situ měření pomocí mikroskopie atomárních sil v bezkontaktním režimu a spektroskopické elipsometrie.

Pro získání referenčních hodnot n , k bylo provedeno úhlové elipsometrické měření na tlusté vrstvě 100 nm Cu na Si pro energie dopadajícího záření (1,5 – 5,0) eV a úhly dopadu 55° – 75° s krokem po 5° .

Na tenké vrstvě vytvořené dne 2.9.2008 bylo provedeno časové elipsometrické měření v ultrafialové oblasti spektra (UV, spektrální rozsah (3,1 – 5,0) eV). Stárnutí vrstvy bylo sledováno po dobu 13 dní. Interval mezi jednotlivými elipsometrickými spektry byl zpočátku měření 5 minut (doba jednoho měřícího cyklu), později pak 20 minut. Vzorek byl ozařován po celou dobu měření.

Dne 5.1.2009 byly vytvořeny dva stejné vzorky (série A). Na prvním vzorku bylo provedeno časové elipsometrické měření ve viditelné oblasti spektra (VIS, spektrální rozsah (1,5 – 3,1) eV). Stárnutí vrstvy bylo sledováno po dobu 13,8 dní. Interval mezi jednotlivými elipsometrickými spektry byl zpočátku měření 6 minut (doba jednoho měřícího cyklu), později pak 20 minut. Druhý vzorek byl umístěn do mikroskopu atomárních sil. V bezkontaktním režimu byla provedena série in situ měření topografie povrchu Cu

7.3. DISKUSE VÝSLEDKŮ

vrstvy na stejném místě pro 1.-5., 7.-12., 14. a 15. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek. Byla snímána topografie povrchu vzorku na ploše o velikosti $0,5 \times 0,5 \mu\text{m}^2$, $1 \times 1 \mu\text{m}^2$, $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ a $5 \times 5 \mu\text{m}^2$.

Dne 13.7.2009 byly vytvořeny dva stejné vzorky (série B). Na prvním vzorku bylo provedeno (opakované) časové elipsometrické měření v ultrafialové oblasti spektra. Stárnutí vrstvy bylo sledováno po dobu 16 dní. Interval mezi jednotlivými elipsometrickými spekttry byl zpočátku měření 5 minut (doba jednoho měřícího cyklu), později pak 20 minut, přičemž vzorek byl ozařován pouze v průběhu měření. Druhý vzorek byl umístěn do mikroskopu atomárních sil. V bezkontaktním režimu byla provedena série in situ měření topografie povrchu Cu vrstvy na třech různých místech pro 1.-13., 15.-17. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek. Byla snímána topografie povrchu vzorku na ploše o velikosti $0,5 \times 0,5 \mu\text{m}^2$, $1 \times 1 \mu\text{m}^2$, $3 \times 3 \mu\text{m}^2$, $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ a $10 \times 10 \mu\text{m}^2$.

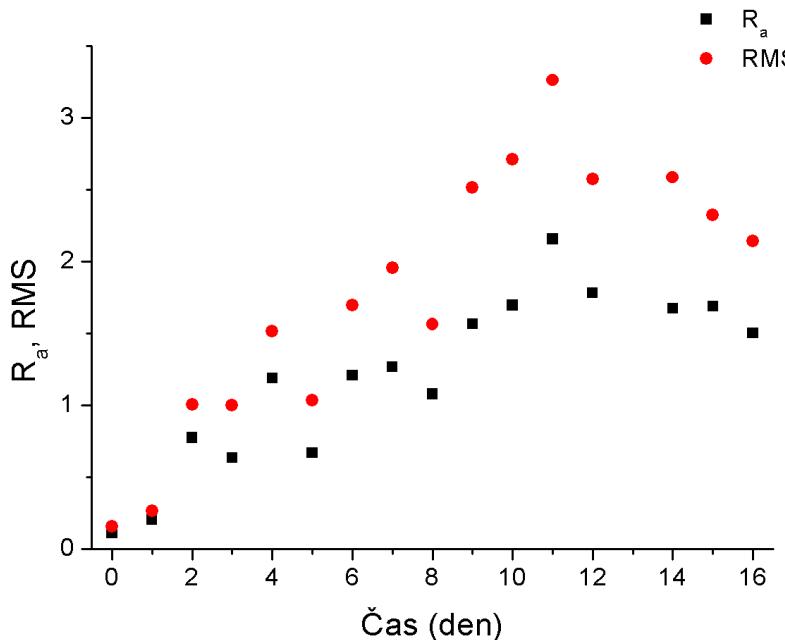
Dne 22.9.2009 byly vytvořeny dva stejné vzorky (série C). Na prvním vzorku bylo provedeno úhlové elipsometrické měření pro energie dopadajícího záření ($1,5 - 5,0$) eV a úhly dopadu $55^\circ - 75^\circ$ s krokem po 5° . Vzorek byl elipsometricky měřen pro 1., 4., 8., 11., 15. a 19. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek. Druhý vzorek byl umístěn do mikroskopu atomárních sil. Topografie vzorku byla první čtyři dny měřena v bezkontaktním režimu v dvanáctihodinových intervalech. Poté bylo spuštěno kontinuální snímání topografie jednoho místa na povrchu vrstvy. Takto byla měřena plocha o velikosti $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ s rozlišením (1024×1024) bodů po dobu 7 dní.

7.3. Diskuse výsledků

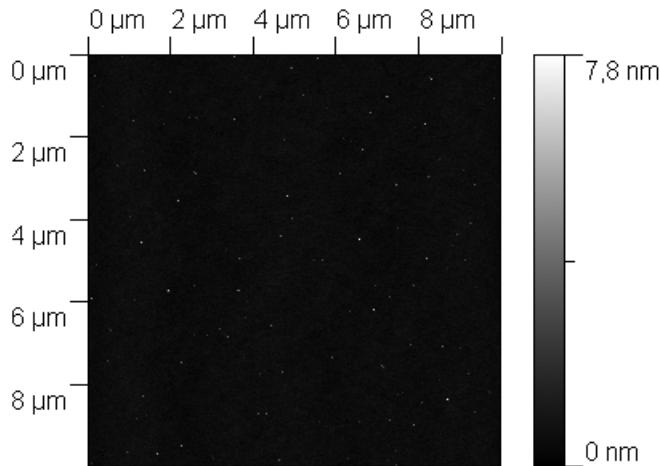
Diskusi stárnutí tenkých vrstev Cu na Si začneme topografií povrchu. Pokud nebude řečeno jinak, budou ve zbytku této kapitoly v souvislosti s topografií povrchu vrstvy uváděny pouze výsledky měření vzorku ze série B. Topografické mapy naměřené na vzorku ze dne 2.9.2008 vykazují stejný průběh stárnutí, nicméně nejsou natolik podrobné (měření po kratší časový interval, několik dní vynecháno). Všechny pořízené mapy jsou umístěny na přiloženém kompaktním disku. Průběh stárnutí povrchu tenké vrstvy Cu (velikost plochy $1 \times 1 \mu\text{m}^2$) na vzorku ze série B pro 1.-13., 15.-17. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek je umístěn v tištěné příloze této práce.

Podobně jako v případě tenkých vrstev Co na Si měření ukazují, že povrch tenké vrstvy Cu na Si po depozici kopíruje povrch Si substrátu. Střední odchylka od průměrné výšky povrchu (R_a) dosahovala první den hodnoty přibližně $0,3 \text{ nm}$ a prvních jedenáct dní rostla s přibližně lineární závislostí. Průběh R_a v závislosti na době stárnutí tenkých vrstev Cu je uveden na obrázku 7.1. Pro doplnění je na stejném obrázku uvedena také střední kvadratická odchylka od průměrné výšky povrchu (RMS). Pro výpočet hodnot R_a a RMS byly použity mapy o velikosti $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ ze všech tří sledovaných míst na povrchu Cu.

Už krátce po depozici (přibližně 2 hodiny) byly na povrchu Cu pozorovány zárodky první přechodové vrstvy (viz obrázek 7.2). Přechodová vrstva na povrchu Cu roste ve vrstevnatém režimu. Nicméně již při tvorbě první vrstvy nedochází ke kompletnímu dokončení vrstvy. Při růstu druhé a následujících vrstev dále roste přechodová vrstva pouze na místech, kde před tím již vyrostla předchozí „monovrstva“ (oxidu). Tento efekt je velmi patrný od třetí „monovrstvy“ (přibližně 7. den expozice atmosférickým vlivům), kdy je



Obrázek 7.1: R_a , RMS v závislosti na době stárnutí tenkých vrstev Cu na Si, měřeno metodou NC-AFM.

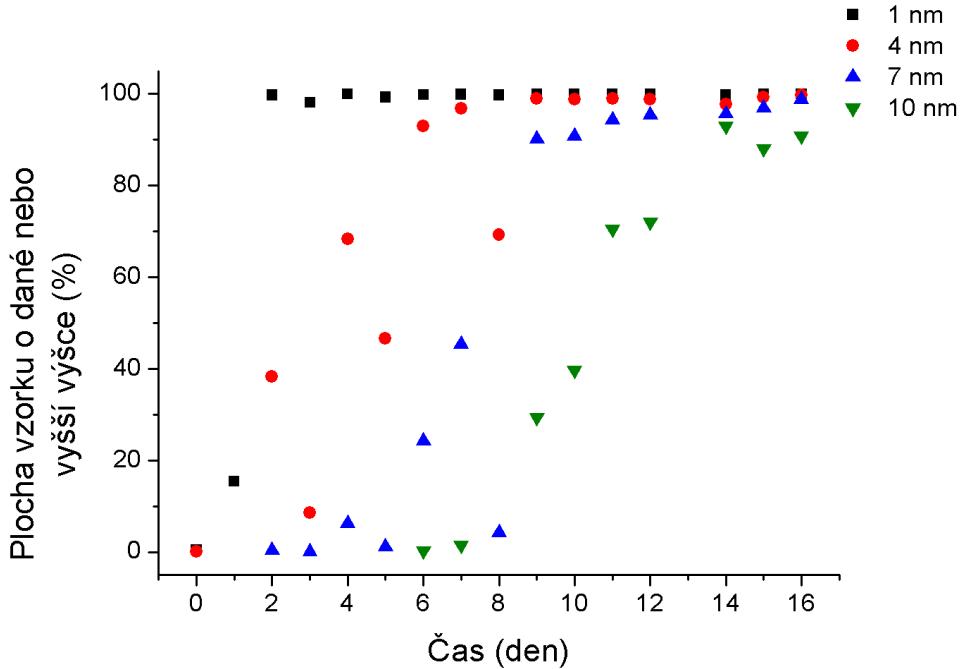


Obrázek 7.2: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy Cu na Si po 2 hodinách expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek.

možné v přechodové vrstvě pozorovat hluboké trhliny, které sahají pravděpodobně až k vrstvě Cu. Představu o tvorbě jednotlivých „monovrstev“ přechodové vrstvy lze získat z map zaplnění (tj. kolik procent povrchu má výšku větší či rovnou zadané hodnotě). Tyto mapy byly získány analýzou topografických map v programu WSxM verze 3.0 [6]. Průběh map zaplnění v závislosti na době stárnutí tenké vrstvy je uveden na obrázku 7.3. Analýza byla provedena pouze pro sérii map uvedených v tištěné přiloze této práce. Z obrázku je

7.3. DISKUSE VÝSLEDKŮ

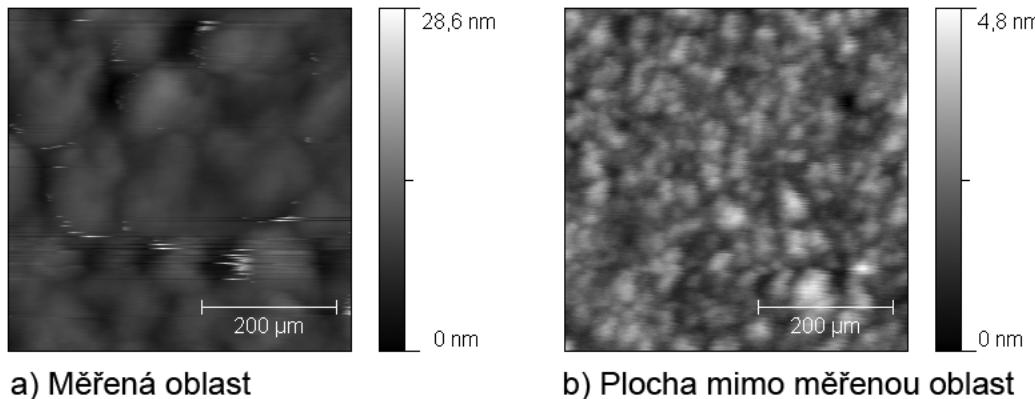
patrné, že v případě první a druhé „monovrstvy“ přechodové vrstvy je zaplněno téměř sto procent povrchu. U třetí a obzvláště u čtvrté „monovrstvy“ je již patrný efekt trhlin.



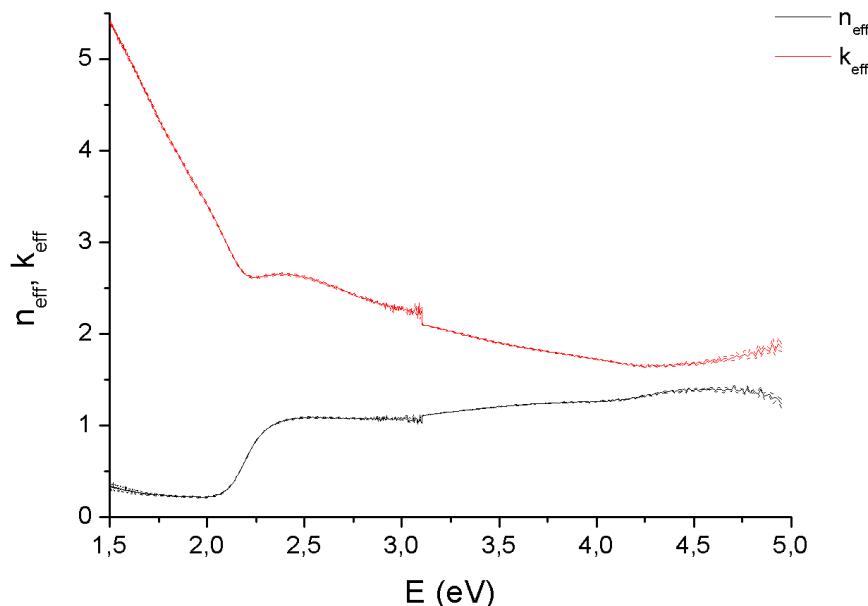
Obrázek 7.3: Mapy zaplnění pro vybrané výšky v závislosti na době stárnutí tenké vrstvy Cu na Si.

Dále byl sledován proces tvorby jedné přechodové „monovrstvy“. Vzorek ze série C byl kontinuálně snímán pomocí mikroskopie atomárních sil v bezkontaktním režimu. Sejmout jedné mapy trvalo přibližně 17 minut, celková doba měření byla 7 dní. Z naměřených topografických map byla vytvořena animace, která je umístěna na přiloženém kompaktním disku. Z videa je patrné, že tvorba jedné „monovrstvy“ probíhá po dobu přibližně 5 dní, což je v souhlasu s obrázkem 7.3. Samotné kontinuální měření mikroskopíí atomárních sil v bezkontaktním režimu ovlivňovalo měřenou plochu vzorku. Měření topografie povrchu provedené v závěru experimentu ukázalo, že interakce hrotu s povrchem vzorku indukovala zvýšenou drsnost povrchu. Parametry drsnosti R_a a RMS nabývaly ve sledované oblasti přibližně čtyřnásobně vyšší hodnoty než mimo sledovanou oblast. Rovněž struktura povrchu byla odlišná ve snímané oblasti a mimo snímanou oblast (viz obrázek 7.4).

Stárnutí vrstev Cu na Si bylo rovněž zkoumáno spektroskopickou elipsometrií. Nejprve byly na tlusté vrstvě 100 nm Cu na Si určeny referenční hodnoty efektivního indexu lomu n_{eff} a efektivního indexu absorpcí k_{eff} , neboť vzorek byl vystaven atmosférickým vlivům, a tedy pokryt neznámou vrstvou oxidu. Celé měření trvalo tři hodiny, přičemž nejdříve byla měřena UV oblast spektra. Tloušťka vrstvy byla mnohem vyšší než hloubka vniku světla, proto získané optické parametry odpovídají objemovému Cu. Optické parametry byly vypočteny přímým výpočtem (3.4). Vypočtené hodnoty optických parametrů jsou uvedeny na obrázku 7.5 a sloužily jako reference pro hodnoty optických parametrů Cu na počátku měření stárnutí vrstev.



Obrázek 7.4: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy Cu na Si po skončení časového měření. V části (a) je zobrazena plocha, na které probíhalo časové měření trvající 7 dní (vliv interakce hrotu). V části (b) je zobrazena topografie povrchu vrstvy, na které neprobíhalo časové měření (přirozené stárnutí).



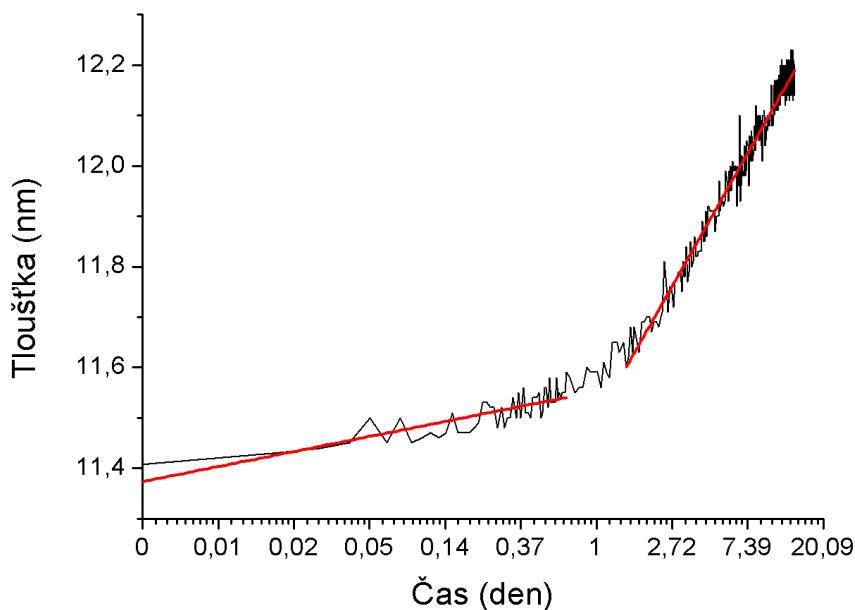
Obrázek 7.5: Vypočtená hodnota (přímý výpočet) efektivního indexu lomu n_{eff} a efektivního indexu absorpce k_{eff} tlusté vrstvy 100 nm Cu na Si po krátké době vystavení atmosférickým vlivům za pokojových podmínek (pro VIS oblast průměrně 1 hodina, pro UV oblast průměrně 2,5 hodiny).

Dále byla provedena tři časová měření na vzorku ze dne 2.9.2008 (UV), vzorku ze série A (VIS) a vzorku ze série B (UV). Pro tato tři měření bylo provedeno fitování tloušťky tenké vrstvy + přechodové vrstvy v závislosti na době vystavení okolním atmosférickým podmínkám. Pro popis vzorku byl použit model tvořený vrstvou (Cu + oxid, popsána efektivním indexem lomu n_{eff} a efektivním indexem absorpce k_{eff}) na Si

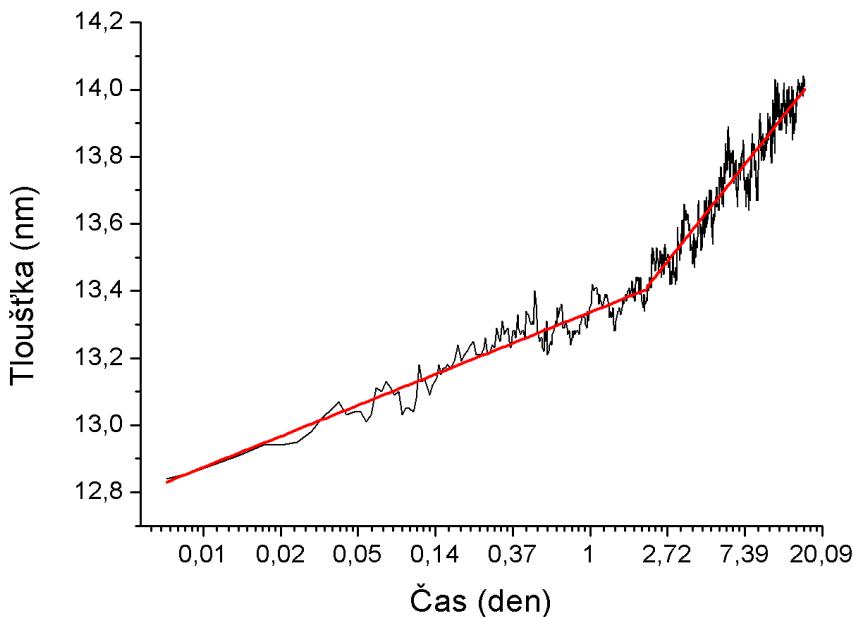
7.3. DISKUSE VÝSLEDKŮ

substrátu. Při fitování byly zafixovány optické parametry Si substrátu. Tloušťka vrstvy byla proměnná, stejně jako hodnoty n_{eff} a k_{eff} (použit Lorentzův disperzní model). Vypočtený průběh tloušťky vrstvy v závislosti na době stárnutí je pro měření ve viditelné oblasti spektra (vzorek ze série A) uveden na obrázku 7.6. Fitování přes celý měřený spektrální rozsah (VIS) nebylo stabilní, a proto byl průběh tloušťky vrstvy v závislosti na době stárnutí získán fitováním pouze v úzké oblasti spektra ((1,5 – 2,0) eV). Fitování naměřených spekter v ultrafialové oblasti bylo oproti viditelné oblasti stabilní v celém měřeném spektrálním rozsahu. Výsledek fitování změny tloušťky vrstvy v závislosti na době vystavení atmosférickým vlivům za pokojových podmínek pro vzorek ze série B (UV) je uveden na obrázku 7.7.

Z časového vývoje nárůstu tloušťky vrstvy v průběhu stárnutí lze odlišit dvě fáze tvorby přechodové vrstvy – fázi nukleační a fázi růstovou. Obě fáze růstu vykazují přímou logaritmickou závislost. Ačkoli je stárnutí (oxidace) tenkých vrstev Cu obvykle popisována parabolickou závislostí [10], přímá logaritmická závislost se dvěma různými fázemi byla rovněž pozorována například v [7]. V případě měření v UV oblasti spektra na sebe jednotlivé fáze růstu přímo navazují (pozorováno i pro vzorek ze dne 2.9.2008). Pro měření ve viditelné oblasti spektra nebyla pozorována jednoznačná přímá logaritmická závislost růstu nukleační fáze. V případě popisu nukleační fáze přímou logaritmickou závislostí nebylo zcela zřejmé ukončení této fáze a rovněž začátek růstu vrstvy vykazoval odchylinky od přímé logaritmické závislosti. Pro vytvoření závěru o nukleační fázi při měření ve viditelné oblasti by bylo nutné provést opakované měření, které by vyloučilo případný vliv fitování.



Obrázek 7.6: Vypočtená tloušťka vrstvy Cu na Si v závislosti na době stárnutí (vzorek ze série A), určeno elipsometrickou metodou ve viditelné oblasti. Nukleační a růstová fáze růstu přechodové vrstvy vykazuje přímou logaritmickou závislost. Tyto fáze jsou v grafu vyznačeny proloženými přímkami, jejichž parametry jsou uvedeny v tabulce 7.3.



Obrázek 7.7: Vypočtená tloušťka vrstvy Cu na Si v závislosti na době stárnutí (vzorek ze série B), určeno elipsometrickou metodou v ultrafialové oblasti. Nukleační a růstová fáze růstu přechodové vrstvy vykazuje přímou logaritmickou závislost. Tyto fáze jsou v grafu vyznačeny proloženými přímkami, jejichž parametry jsou uvedeny v tabulce 7.3.

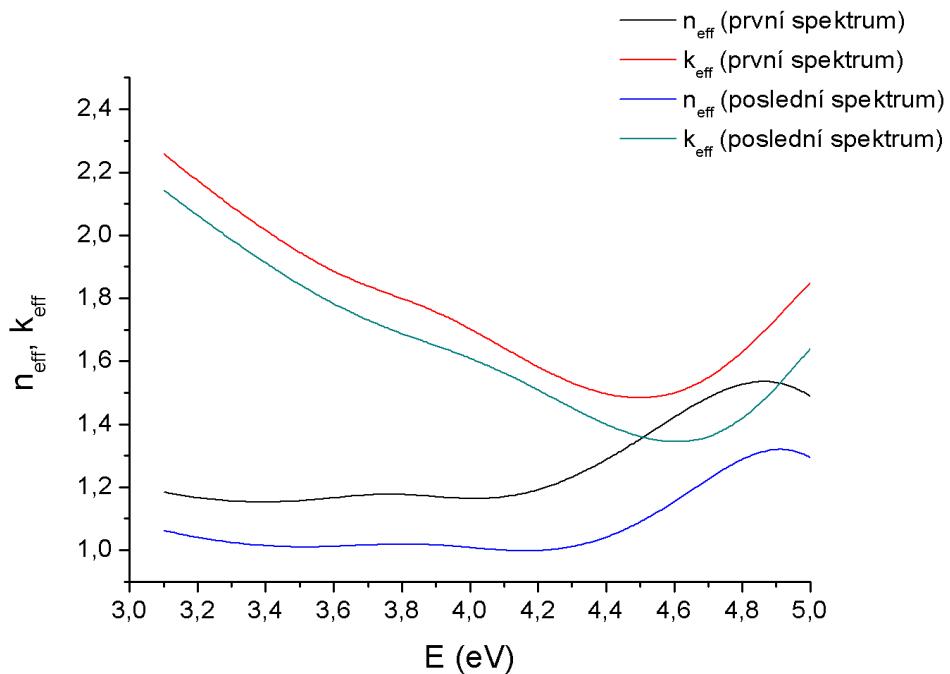
Parametry proložených přímek pro nukleační a růstovou fázi růstu vrstvy jsou pro všechny tři vzorky uvedeny v tabulce 7.3. U vzorků měřených v ultrafialové oblasti spektra byla pozorována vyšší rychlosť růstu přechodové vrstvy než u vzorku měřeného ve viditelné oblasti spektra. Vzorek ze dne 2.9.2008 byl ozařován po celou dobu měření, což se projevilo ve vyšší rychlosti růstu přechodové vrstvy než u vzorku ze série B, kde byl povrch vzorku ozařován pouze v průběhu měření. Tato pozorování jsou ve shodě s výsledky publikace [10], kde je rozebrán vliv UV záření na vyšší nárůst oxidové vrstvy (až o 50 procent).

Nakonec byly srovnány naměřené hodnoty efektivního indexu lomu n_{eff} a efektivního indexu absorpce k_{eff} tenkých vrstev 10 nm Cu na Si ze začátku a konce měření. V případě ultrafialové oblasti spektra byly použity výsledky z fitování tloušťky přechodové vrstvy (Lorentzův disperzní model). Srovnání prvního a posledního spektra pro vzorek ze série B je uvedeno na obrázku 7.8. Časový vývoj hodnoty efektivního indexu lomu n_{eff} a efektivního indexu absorpce k_{eff} pro energii 4 eV je uveden na obrázku 7.9. V případě viditelné oblasti spektra byl časový vývoj optických parametrů n_{eff} , k_{eff} získán pomocí fitování bod po bodu (neuvážována disperzní závislost modelu) s konstantní tloušťkou určenou pomocí Lorentzova disperzního modelu (viz obrázek 7.6). Srovnání vypočteného prvního a posledního spektra pro vzorek ze série A je uvedeno na obrázku 7.10. Časový vývoj hodnoty efektivního indexu lomu n_{eff} a efektivního indexu absorpce k_{eff} pro

7.3. DISKUSE VÝSLEDKŮ

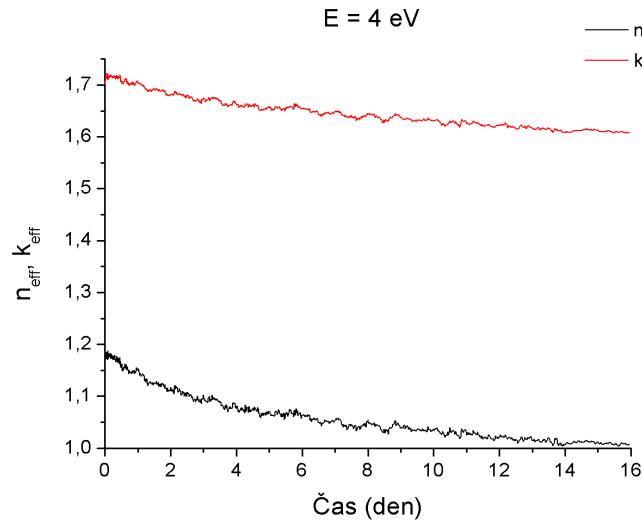
Vzorek (datum)	Záření	Fáze nukleační				Fáze růstová		
		Čas (den)	$d_{1,i}$ (nm)	Δd_1 (nm)	Strmost $\left(\frac{nm}{\ln t(den)} \right)$	Od (den)	$d_{2,i}$ (nm)	Strmost $\left(\frac{nm}{\ln t(den)} \right)$
2.9.2008	UV	0 - 1,6	10,6	0,96	$0,132 \pm 0,002$	1,6	11,6	$0,392 \pm 0,004$
série A	VIS	0 - 0,7*	11,4	0,19	$0,029 \pm 0,003$	1,5	11,6	$0,264 \pm 0,004$
série B	UV	0 - 1,9	12,8	0,53	$0,091 \pm 0,002$	1,9	13,4	$0,283 \pm 0,004$

Tabulka 7.2: Parametry nukleační a růstové fáze růstu přechodové vrstvy na vzorku 10 nm Cu na Si. V tabulce $d_{1,i}$ označuje tloušťku vrstvy na počátku nukleační fáze (začátek měření), Δd_1 nárůst tloušťky vrstvy během nukleační fáze, $d_{2,i}$ tloušťku vrstvy na počátku růstové fáze a strmost označuje konstantu B v rovnici $y = A + B \ln t$, kde A udává hodnotu průsečíku s osou y a t označuje dobu expozice vzorku atmosférickým vlivům za pokojových podmínek. V případě měření ve viditelné oblasti spektra nebyl čas ukončení nukleační fáze zcela zřejmý.

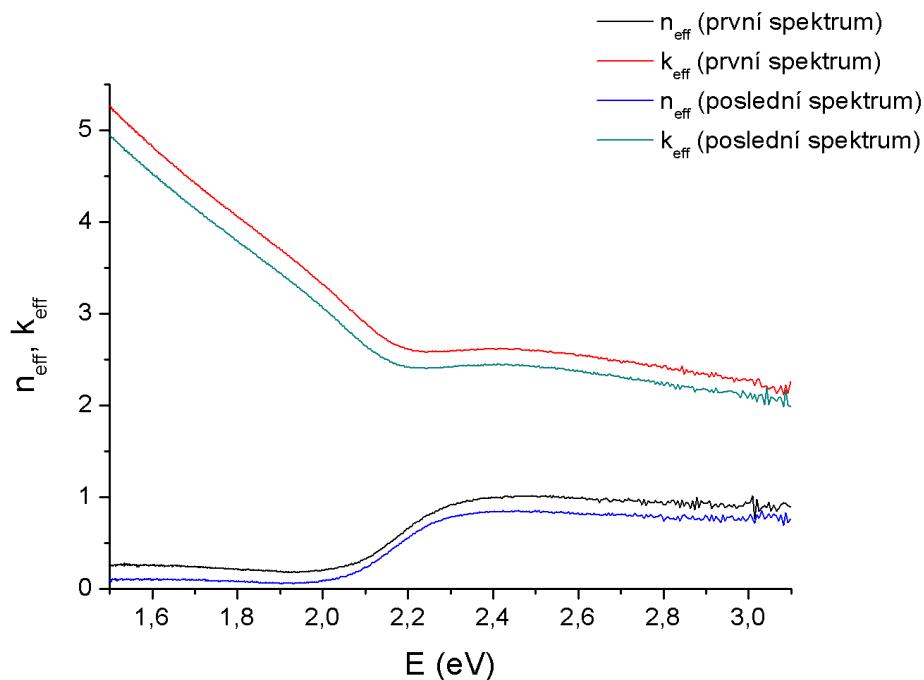


Obrázek 7.8: Spektrální závislost optických parametrů n_{eff} a k_{eff} pro vzorek ze série B na začátku měření (první spektrum) a po 16 dnech vystavení atmosférickým vlivům za pokojových podmínek (poslední spektrum). Měreno spektroskopickou elipsometrií v ultrafialové oblasti spektra.

energií 2 eV (získaný pomocí Lorentzova disperzního modelu v úzkém rozsahu spektra (1,5 – 2,0) eV) je uveden na obrázku 7.11.



Obrázek 7.9: Časový vývoj optických parametrů n_{eff} a k_{eff} pro vzorek ze série B pro energii 4 eV vrstvy 10 nm Cu na Si v průběhu stárnutí (oxidace).

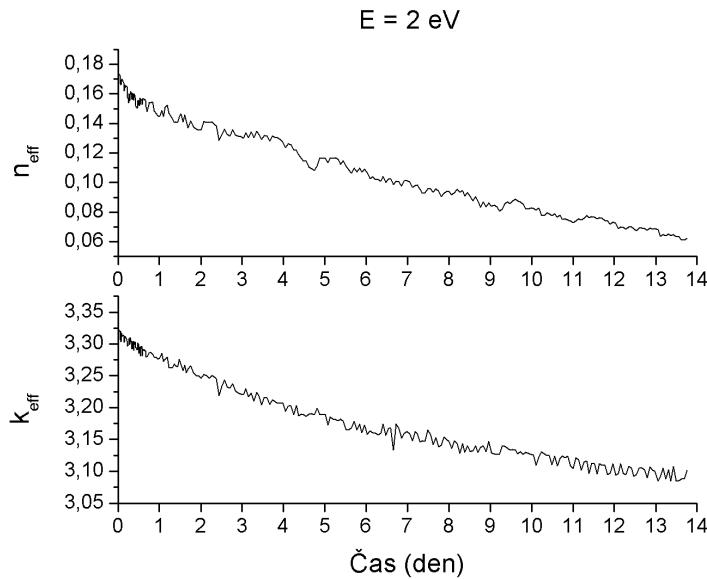


Obrázek 7.10: Spektrální závislost optických parametrů n_{eff} a k_{eff} pro vzorek ve sérii A na začátku měření (první spektrum) a po 14 dnech vystavení atmosférickým vlivům za pokojových podmínek (poslední spektrum). Měřeno spektroskopickou elipsometrií ve viditelné oblasti spektra.

7.4. Shrnutí

Pomocí mikroskopie atomárních sil a spektroskopické elipsometrie bylo zjištěno, že v průběhu stárnutí tenkých vrstev 10 nm Cu na Si způsobenému vystavení atmosférickým vlivům

7.4. SHRNUTÍ



Obrázek 7.11: Časový vývoj optického parametru n_{eff} a k_{eff} pro vzorek ve sérii A pro energii 2 eV vrstvy 10 nm Cu na Si v průběhu stárnutí (oxidace).

za pokojových podmínek dochází k tvorbě přechodové vrstvy, která roste v režimu vrstva po vrstvě. Byly pozorovány dvě fáze růstu – fáze nukleační a fáze růstová. Obě fáze vykazovaly přímou logaritmickou závislost. Časovým měřením pomocí mikroskopie atomárních sil v bezkontaktním režimu byl zdokumentován průběh tvorby jedné „monovrstvy“ přechodové vrstvy. Tento průběh tvorby jedné „monovrstvy“ přechodové vrstvy byl zpracován ve formě animace, která je umístěna na přiloženém kompaktním disku.

8. Systém multivrstev Co a Cu na Si

8.1. Příprava vzorků

Multivrstvy Co a Cu na substrátech Si(100) byly naprašovány za asistence iontových svazků metodou IBAD za pokojové teploty. Způsob čištění Si substrátu je popsán v disertační práci [4]. Celkem byly vyrobeny dva vzorky.

Pro vzorek nominálně 10 nm Co na nominálně 100 nm Cu na Si byl základní pracovní tlak v komoře před depozicí roven $3 \cdot 10^{-5}$ Pa a pracovní tlak Ar v průběhu depozice byl roven $1,1 \cdot 10^{-2}$ Pa. Čas depozice pro Cu byl 10 min 20 s a pro Co 2 min 1 s při urychlovacím napětí Ar⁺ iontů 600 eV.

Pro vzorek nominálně 5 nm Cu na nominálně 100 nm Co na Si byl základní pracovní tlak v komoře před depozicí roven $3,1 \cdot 10^{-5}$ Pa a pracovní tlak Ar v průběhu depozice byl roven $1,1 \cdot 10^{-2}$ Pa. Čas depozice pro Co byl 19 min 15 s a pro Cu 37 s při urychlovacím napětí Ar⁺ iontů 600 eV.

8.2. Experimenty

U obou vzorků byla provedena úhlová elipsometrická měření ve viditelné oblasti spektra (spektrální rozsah (1,5 – 3,1) eV) a ultrafialové oblasti spektra (spektrální rozsah (3,1 – 5,0) eV) pro úhly dopadu 55° – 75° s krokem po 5° . Bylo provedeno fitování tloušťek obou vrstev. Vzorek byl popsán modelem dvou vrstev na substrátu. Pro disperzní hodnoty optických parametrů Si substrátu byly použity tabelované hodnoty z [12]. Optické parametry Co a Cu byly použity z výsledku měření na tlustých vrstvách (viz obrázek 7.5 pro Cu a dosud nepublikované výsledky RNDr. Aloise Nebojsy pro optické parametry Co získané měřením na tlustých vrstvách). Tloušťka tlusté vrstvy Co (Cu) o jmenovité tloušťce 100 nm byla v průběhu fitování konstantní, neboť je mnohem vyšší než hloubka vniku [19] použitého záření. V průběhu fitování byla proměnná pouze tloušťka tenké vrstvy Cu (Co). Fitování probíhalo bod po bodu (neuvažován model disperzní závislosti indexu lomu) pro rozsah spektra (1,5 – 5,0) eV (spojené VIS a UV spektrum).

8.3. Diskuse výsledků

Pomocí spektroskopické elipsometrie se podařilo rozlišit nanesené vrstvy. V případě vzorku 10 nm Co na 100 nm Cu na Si byla vypočtena tloušťka Co vrstvy rovná hodnotě 11,2 nm. V případě vzorku 5 nm Cu na 100 nm Co na Si byla vypočtena tloušťka Cu vrstvy rovná hodnotě 2,7 nm. Vzhledem k omezenému množství dostupných vzorků lze prezentované výsledky považovat pouze za vstup do problematiky měření multivrstev tvořených Co a Cu na Si substrátu.

9. Fázová transformace tenkých vrstev Fe na Cu(100)

9.1. Motivace

Tenké vrstvy Fe na Cu(100) jsou po několik desetiletí intenzivně zkoumaným systémem, především díky velikému množství potencionálních aplikací. Jedno z možných využití představuje iontovým svazkem indukovaná fázová transformace tenkých vrstev Fe z fcc fáze (paramagnetická) na bcc fázi (ferromagnetická) [13]. Praktickou aplikací této fázové transformace je tvorba magnetických struktur s použitím zaostřeného iontového svazku. Modifikace původně nemagnetické Fe vrstvy na vrstvu ferromagnetickou je nejvíce žádoucí, neboť dovoluje zápis libovolného magnetického vzorku izolovaného nemagnetickými oblastmi. Zkoumaný systém tenkých vrstev Fe na Cu(100) tenčích než 10 monovrstev (ML) je kompletně popsán [2, 13]. Pro praktické využití je ovšem nutné překonat superparamagnetický limit, což si žádá tlustších vrstev. Při nanášení čistého železa dojde při dosažení tloušťky 10 ML k fázovému přechodu z fcc fáze na bcc fázi [2]. Proto byla při nanášení Fe vrstvy použita absorpcie kysličníku uhelnatého. Kyslík a uhlík společně přispívají ke stabilitě povrchu a objemové fcc fáze Fe vrstvy a při optimálním tlaku je možné stabilizovat fcc fázi Fe vrstvy až do tloušťky 60 ML [5].

9.2. Příprava vzorku

Tenké vrstvy Fe byly nanášeny na monokrystal Cu(100), který byl před nanesením vrstvy vyčištěn pomocí odprašování a žíhání. Atomárně svazkové napářování vrstev Fe tloušťky (22 ± 1) ML probíhalo pomocí elektronového napařovacího děla při teplotě 300 K. Rychlosť depozice (~ 1 ML/min) byla kontrolována křemenným vibračním čidlem. Tlak v komoře před napuštěním kysličníku uhelnatého byl roven $1,1 \times 10^{-8}$ Pa, po napuštění kysličníku uhelnatého byl roven 3×10^{-7} Pa.

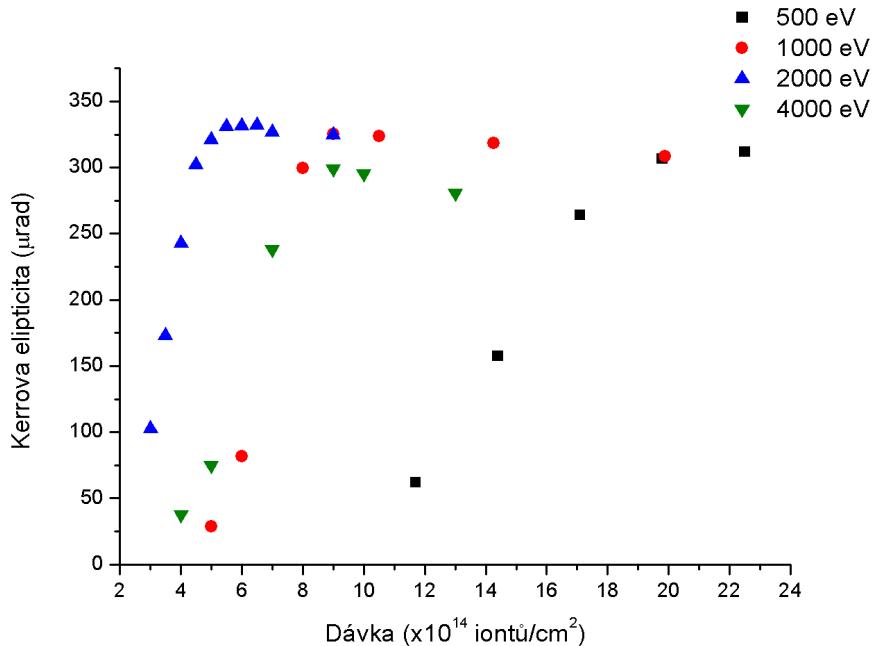
9.3. Experiment

Po nanesení tenké vrstvy Fe byl vzorek bombardován iontovým dělem s průměrem svazku $50\text{ }\mu\text{m}$, vybaveným Wienovým filtrem a rastrovací jednotkou. Vzorek byl Ar^+ ionty bombardován kolmo k povrchu, za teploty 300 K a při parciálním tlaku Ar 4×10^{-5} Pa. Typický tok iontů při fázové transformaci, určený Faradayovou sondou, byl řádově $10^{11}\text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Pro studium magnetických vlastností byl použit povrchový magneto-optický Kerrův jev, využívající He-Ne laser ($\lambda = 632,8\text{ nm}$) a fotoelastický modulátor.

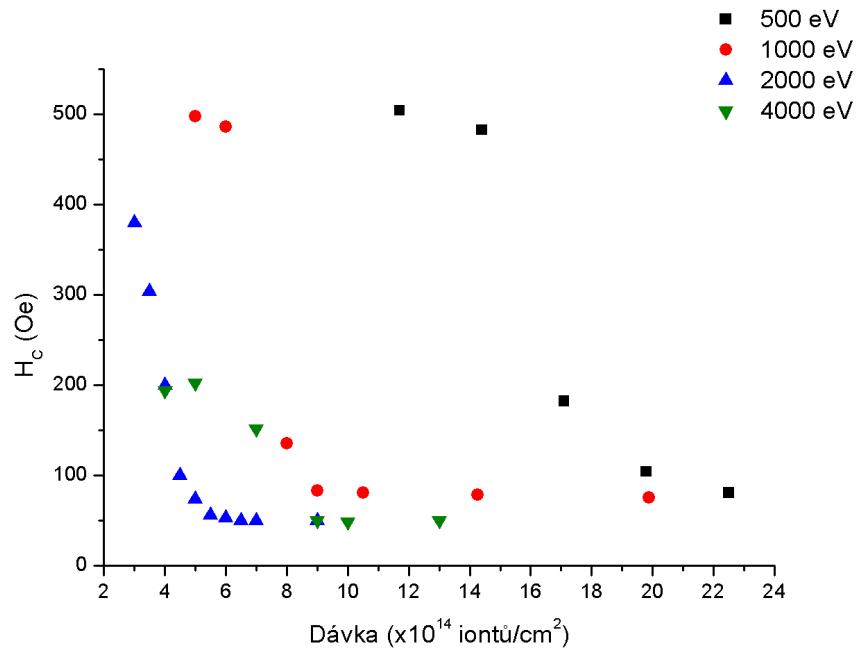
Bombardováním vzorku Ar^+ ionty s energiemi v rozsahu $(0,5\text{--}4)$ keV byla paramagnetická fcc fáze Fe vrstvy částečně transformována na ferromagnetickou bcc fázi. V průběhu fázové transformace byly měřeny magnetické vlastnosti Fe vrstvy s pomocí povrchového magneto-optického Kerrova jevu v podélném režimu. Difrakcí pomalých elektronů byla stanovena krystalická struktura po nanesení vrstvy a po skončení fázové transformace

9. FÁZOVÁ TRANSFORMACE TENKÝCH VRSTEV FE NA CU(100)

vrstvy. Chemické složení povrchu v průběhu fázové transformace bylo sledováno pomocí spektroskopie Augerových elektronů.

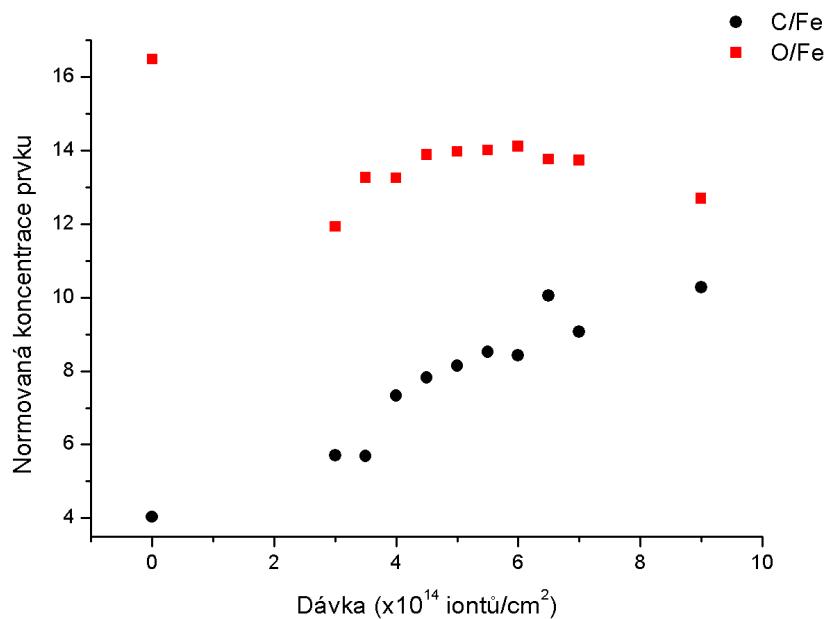


Obrázek 9.1: Závislost Kerrovy elipticity na dávce Ar^+ iontů s energií (0, 5 – 4) keV pro 22 ML fcc Fe na Cu(100) stabilizovaných absorpcí kysličníku uhelnatého.

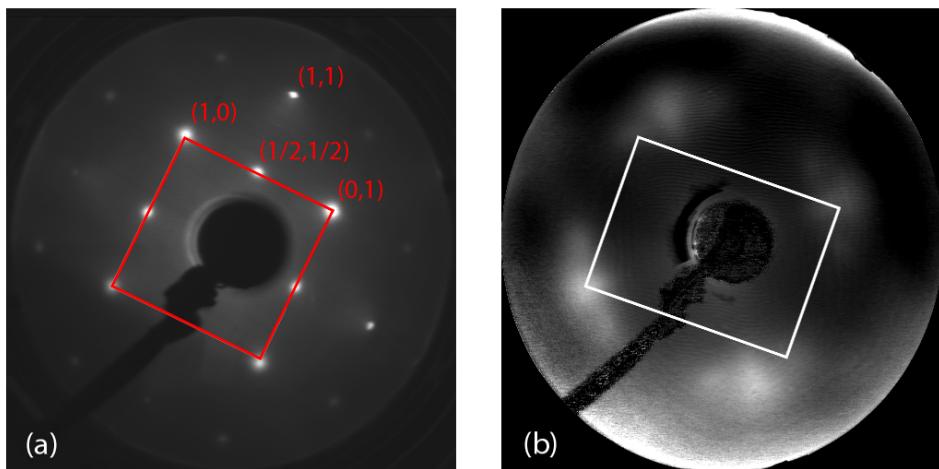


Obrázek 9.2: Závislost koercitivity H_c na dávce Ar^+ iontů s energií (0, 5 – 4) keV pro 22 ML fcc Fe na Cu(100) stabilizovaných absorpcí kysličníku uhelnatého.

9.4. DISKUSE VÝSLEDKŮ



Obrázek 9.3: Chemické složení povrchu vzorku v průběhu bombardování Ar^+ ionty s energií 2 keV. Zobrazena je procentuální koncentrace kyslíku a uhlíku (vztažená k referenční hodnotě koncentrace železa) v závislosti na dávce iontů.



Obrázek 9.4: Difrakce pomalých elektronů s energií 120 eV na vzorku 22 ML Fe na Cu(100) stabilizovaných absorpcí kysličníku uhelnatého. Část (a) zobrazuje difraktogram fcc(100) povrchu pořízený po depozici s vyznačenými fcc difrakčními stopami, (b) zobrazuje bcc(100) strukturu povrchu, který byl částečně fázově transformován 2 keV Ar^+ ionty (dávka 9×10^{14} iontů/ cm^2).

9.4. Diskuse výsledků

Vrstva fcc Fe na Cu(100) stabilizovaná absorpcí kysličníku uhelnatého v průběhu fázové transformace vykazovala magnetickou hysterezi pouze při měření povrchového magneto-

9. FÁZOVÁ TRANSFORMACE TENKÝCH VRSTEV FE NA CU(100)

optického Kerrova jevu v podélném uspořádání. V uspořádání „polar“ nebyla při teplotě 300 K magnetická hystereze pozorována. Hodnota Kerrovy ellipticity byla přepočtena podle [18]. Průběh Kerrovy ellipticity a koercitivity H_c v průběhu fázové transformace je zobrazen na obrázku 9.1 a obrázku 9.2. Velikost koercitivity H_c je vysoká na začátku fázové transformace a strmě klesá se zvyšující se dávkou iontů. Fázová transformace je nejvhodnější pro bombardování Ar^+ ionty s energií 2 keV, kdy nastává maximum Kerrovy ellipticity při dávce $6,5 \times 10^{15}$ iontů/cm². Pro jiné energie Ar^+ iontů probíhá fázová transformace pomaleji, ale nakonec dosáhne stejně maximální hodnoty Kerrovy ellipticity. Maximální hodnoty Kerrovy ellipticity a rovněž průběh Kerrovy ellipticity a H_c během fázové transformace byly pozorovány stejně jako v případě publikovaných výsledků pro velmi tenké vrstvy Fe na Cu(100) (viz [13]). V průběhu fázové transformace byla sledována procentuální koncentrace kyslíku a uhlíku vztažená k referenční hodnotě koncentrace železa (obrázek 9.3). Na obrázku 9.4a je zobrazen difraktogram s vyznačenými fcc difrakčními stopami pořízený po nanesení tenké vrstvy Fe. Obrázek 9.4b zobrazuje difraktogram s vyznačenou bcc strukturou pořízený po dokončení fázové transformace.

9.5. Shrnutí

Tenká vrstva fcc Fe (22 ML) na Cu(100) stabilizovaná absorpcí kysličníku uhelnatého byla fázově transformována bombardováním Ar^+ ionty s energiemi v rozsahu (0,5 – 4) keV. Původně paramagnetická vrstva se v důsledku bombardování Ar^+ ionty částečně fázově transformovala na ferromagnetickou bcc fázi. Ukazuje se, že pro fázovou modifikaci vrstvy je nejvhodnější použití Ar^+ iontů s energií 2 keV.

10. Závěr

Hlavní část diplomové práce se zabývá studiem stárnutí (oxidací) tenkých vrstev Co a Cu na Si substrátu při vystavení vlivům atmosféry za pokojových podmínek. Stárnutí tenkých vrstev bylo sledováno spektroskopickým elipsometrem a mikroskopem atomárních sil.

Experimenty studující stárnutí tenkých vrstev Co o jmenovité tloušťce 10 nm na Si substrátu rozšířily výsledky disertační práce [4]. Bylo provedeno časové elipsometrické měření ve viditelné oblasti spektra. Pomocí bezkontaktní mikroskopie atomárních sil byla provedena série měření stavu jednoho místa na povrchu vrstvy Co na Si pro 1., 2., 4., 6.-11., 14. a 15. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek. V průběhu stárnutí tenkých vrstev Co byla pozorována „inkubační doba“ trvající přibližně čtyři dny, během které dochází ke změnám v optických parametrech vrstvy bez měřitelných změn stavu topografie povrchu. Poté byl pozorován ostrůvkovitý růst přechodové vrstvy.

Dále bylo studováno stárnutí Cu. Byly určeny optické parametry tlusté vrstvy o jmenovité tloušťce 100 nm Cu na Si substrátu, které sloužily jako reference pro hodnoty optických parametrů Cu na počátku měření stárnutí vrstev. Byly vyrobeny tři série vzorků tenkých vrstev Cu o jmenovité tloušťce 10 nm na Si substrátu, na kterých bylo pozorováno stárnutí Cu vrstev v závislosti na době vystavení atmosférickým vlivům za pokojových podmínek. Každá ze sérií byla tvořena dvěma stejnými vzorky. Jeden ze vzorků byl vždy studován spektroskopickou elipsometrií a druhý byl sledován bezkontaktní mikroskopíí atomárních sil. Na první a druhé sérii bylo provedeno časové elipsometrické měření ve viditelné a ultrafialové oblasti. Ke každému z časových měření bylo provedeno doplnkové měření pomocí bezkontaktní mikroskopie atomárních sil. Měření topografie povrchu bylo prováděno s přibližně jednodenními odstupy. Analýzou takto získaných map z mikroskopie atomárních sil bylo zjištěno, že v průběhu stárnutí tenkých vrstev dochází k tvorbě přechodové vrstvy, která roste v režimu vrstva po vrstvě. Při fitování elipsometrických spekter (Lorentzův disperzní model) byly pozorovány dvě stádia růstu přechodové vrstvy – fáze nukleační a fáze růstová. Obě tyto fáze vykazují přímou logaritmickou závislost. Časovým měřením na třetí sérii vzorků pomocí mikroskopie atomárních sil v bezkontaktním režimu byl zdokumentován průběh tvorby jedné „monovrstvy“ přechodové vrstvy. Tento průběh tvorby jedné „monovrstvy“ přechodové vrstvy byl zpracován ve formě animace, která je umístěna na přiloženém kompaktním disku.

Dále byl spektroskopickou elipsometrií proveden vstup do problematiky měření multivrstev tvořených Co a Cu na Si substrátu.

Druhá část diplomové práce vznikla v rámci studijní stáže na Technické univerzitě ve Vídni. Byla zkoumána fázová transformace tenkých vrstev Fe (22 monovrstev) na Cu(100) stabilizovaných absorpcí CO z fcc fáze na bcc fázi. Tato část diplomové práce navazovala na disertační práci [13], ve které byly uskutečněny experimenty na vrstvách tenčích než 10 monovrstev. Experimenty byly prováděny ve vysokovakuové aparatuře. Vrstvy byly nanášeny elektronovým svazkem a fcc krystalická struktura Fe vrstev byla (v průběhu depozice) stabilizována absorpcí kysličníku uhelnatého. Fázová transformace byla indukována ostřelováním Ar^+ ionty s energií v rozsahu (0,5 – 4) keV. V průběhu fázové transformace byly sledovány magnetické vlastnosti povrchu (povrchový magneto-optický Kerrův jev v podélném uspořádání), chemické složení povrchu (spektroskopie Augerových elektronů) a krystalická struktura povrchu (difrakce pomalých elektronů).

Literatura

- [1] AZZAM, R. M. A., BASHARA, N. M.: *Ellipsometry and polarized light*. Amsterdam: North-Holland Publishing, 1977. 558 s. ISBN 978-0444870162.
- [2] BIEDERMANN, A., et al.: *Local atomic structure of ultra-thin fe films grown on Cu(100)*. Appl. Phys. A, 2004, 78:807-816.
- [3] BINNIG, G., QUATE, C. F., GERBER, CH.: *Atomic Force Microscope*. Physical Review Letters, Vol. 56, No. 9, 1986, s. 930-933.
- [4] BRANDEJSOVÁ, E.: *Spektroskopická elipsometrie tenkých vrstev a multivrstev pevných látek*. [Disertační práce.] Brno: VUT, ÚFI, 2008. 87 s.
- [5] GIERGIEL, J., et al.: *Growth and morphology of ultrathin Fe films on Cu(001)*. Phys. Rev. B, Sep 1995, 52(11):8528(8534).
- [6] HORCAS, I., et al.: *WsXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology*. Review of Scientific Instruments 78, Jan 2007, 013705.
- [7] CHEN, C.-H., et al.: *Role of Stress in the Self-Limiting Oxidation of Copper Nanoparticles*. J. of Phys. Chem., 2005, vol. 109, n. 44, s. 20669-20672.
- [8] Laboratoř pro depozici vrstev s užitím iontových svazků (IBAD) a leptání iontovými svazky. Internetová prezentace, <http://physics.fme.vutbr.cz/ufi.php?Action=Id=1425>, 13.5.2010.
- [9] LÜTH, H.: *Solid Surfaces, Interfaces and Thin Films*. Berlin: Springer Verlag, 2001. 559 s. ISBN 3-540-42331-1.
- [10] MOTT, N. F., CABRERA, N.: *Theory of the oxidation of metals*. Rep. Prog. Phys., 1949, Volume 12, s. 163.
- [11] Omicron instruments for surface science: EFM Evaporators. Prospekt, www.omicron.de, Triple EFM, 1.5.2010.
- [12] PALIK, E. D.: *Handbook of Optical Constants of Solids*. Volume 1. London: Academic Press, Inc., 1985. 804 s.
- [13] RUPP, W.: *Ionenstrahl induziert Ferromagnetismus von dünnen Fe Schichten auf Cu(100)*. [Disertační práce.] Vídeň: TU Wien, IAP, 2008. 153 s.
- [14] SCHMIDT, E., HUMLÍČEK, J., LUKEŠ, F., MUŠILOVÁ, J.: *Optické vlastnosti pevných látek*. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, 1986.
- [15] SVOBODA, P., KOVARÍK, R., BRANDEJS, J.: *Základy konstruování*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, s. r. o., 2001. 186 s. ISBN 80-7204-212-2.
- [16] TICHOPÁDEK, P.: *Elipsometrie povrchů a tenkých vrstev - vývoj a aplikace zařízení*. [Disertační práce.] Brno: VUT, ÚFI, 2005.

LITERATURA

- [17] TM Microscopes Corporation: *AutoProbe CP-Research User's Guide Part I: Basic Imaging Techniques*. Uživatelská příručka, Microscopes Veeco Metrology Group, 2001.
- [18] THOMASSEN, J., et al.: *Magnetic live surface layers in Fe/Cu(100)*. Phys. Rev. Lett., Dec 1992, 69(26):3831(3834).
- [19] TOMPKINS, H. G., McGAHAN, W. A.: *Spectroscopic Ellipsometry and Reflectometry: A User's Guide*. Wiley-Interscience, 1999. 248 s.
- [20] URBÁNEK, M.: *Reflektometrie: vývoj a aplikace zařízení*. [Disertační práce.] Brno: VUT, ÚFI, 2007. 96 s.

Seznam použitých zkratek

AES	Auger electron spectroscopy, spektroskopie Augerových elektronů
IBAD	Ion beam assisted deposition, naprašování za asistence iontových svazků
LEED	Low energy electron diffraction, difrakce pomalých elektronů
ML	Monolayer, monovrstva
NC-AFM	Non-contact atomic force microscopy, mikroskopie atomárních sil v bezkontaktním režimu
SMOKE	Surface magneto-optic Kerr effect, povrchový magneto-optický Kerrův jev
UHV	Ultra high vacuum, velmi vysoké vakuum
UV	Ultraviolet, ultrafialová oblast spektra
VIS	Visible, viditelná oblast spektra

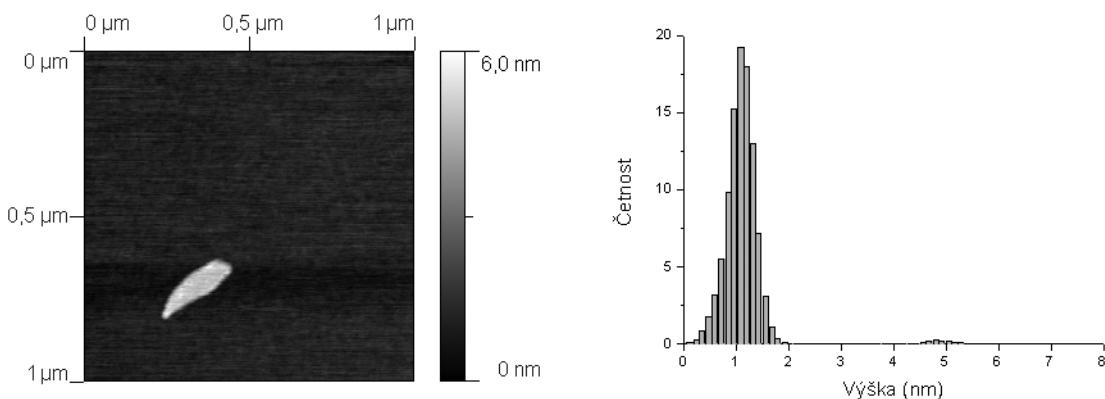
Seznam příloh

Příloha A	NC-AFM měření povrchu vrstev o jmenovité tloušťce 10 nm Co na Si v průběhu stárnutí. Obsahuje sérii in situ měření stejného místa na povrchu vzorku pro 1., 2., 4., 6.-11., 14. a 15. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek.
Příloha B	NC-AFM měření povrchu vrstev o jmenovité tloušťce 10 nm Cu na Si v průběhu stárnutí. Obsahuje sérii in situ měření stejného místa na povrchu vzorku vyrobeného dne 13.7.2009 (série B) pro 1.-13., 15. a 17. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek.
CD-ROM	<p>Obsahuje všechny pořízené topografické mapy. V adresáři Kobalt jsou umístěny všechny naměřené topografické mapy povrchu Co na Si (zdrojové soubory ve formátu HDF a přehled map včetně odpovídajících histogramů rozložení výšek v souboru ve formátu PDF).</p> <p>V adresáři Med jsou umístěny všechny naměřené topografické mapy povrchu Cu na Si (zdrojové soubory ve formátu HDF a přehled map včetně odpovídajících histogramů rozložení výšek v souboru ve formátu PDF).</p> <p>V adresáři Med-animace je zdokumentován průběh tvorby jedné „monovrstvy“ přechodové vrstvy Cu (animace¹).</p>

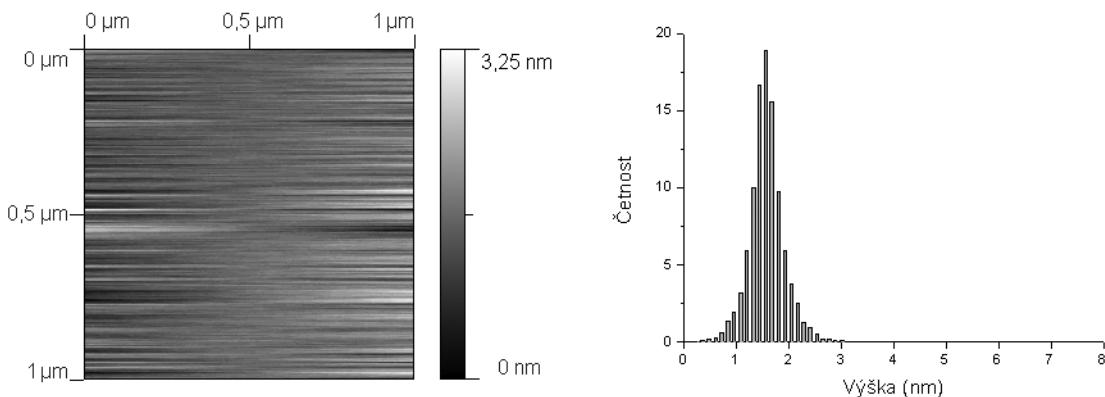
¹ Animace je uložena ve formátu **WMV** (Windows Media Player 7) a ve formátu **MOV** (QuickTime H.264).

A. Topografie povrchu tenkých vrstev Co na Si v průběhu stárnutí

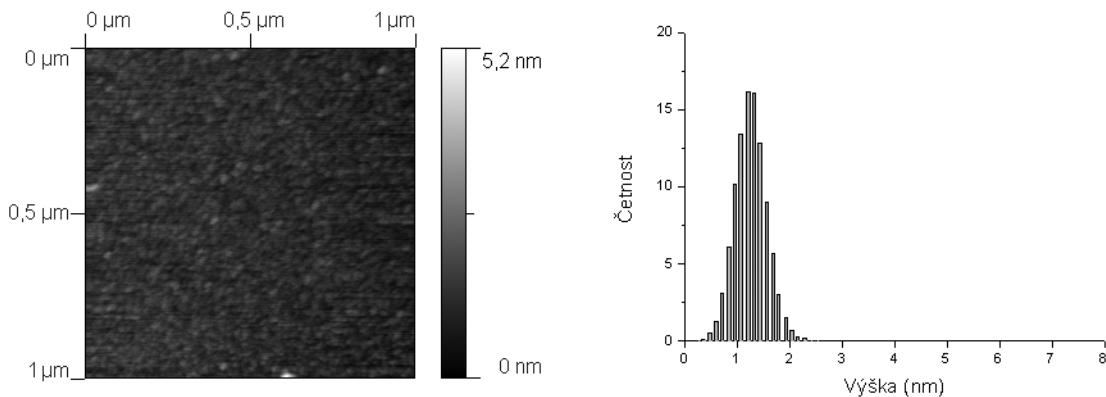
Topografické mapy povrchu vrstev 10 nm Co na Si substrátu v průběhu stárnutí byly měřeny mikroskopem atomárních sil Autoprobe CP-R od společnosti Veeco. Série in situ měření stejného místa na povrchu vzorku pro 1., 2., 4., 6.-11., 14. a 15. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek byla pořízena v bezkontaktním režimu (NC-AFM). Naměřené topografické mapy byly analyzovány programem VEECO DI SPMLab NT Ver. 6.0.2. Tímto programem byly zjištěny histogramy rozdělení výšek pro jednotlivé mapy.



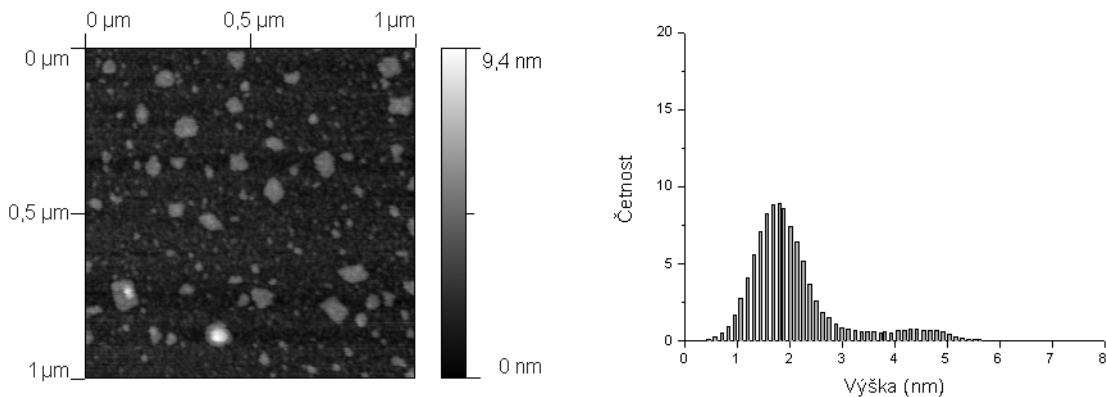
Obrázek A.1: NC-AFM měření počátečního (přibližně dvě hodiny po depozici) stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si a odpovídající histogram rozložení výšek.



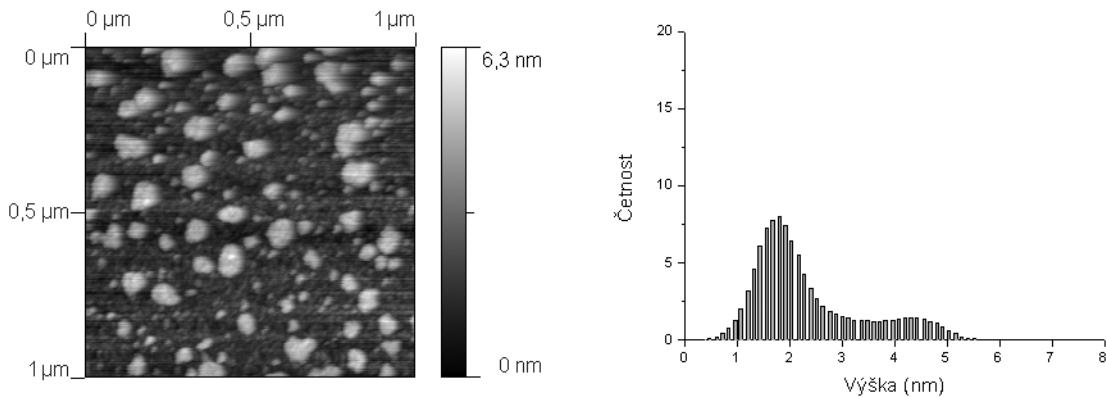
Obrázek A.2: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 2 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek (měření zatíženo velkým šumem).



Obrázek A.3: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 4 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

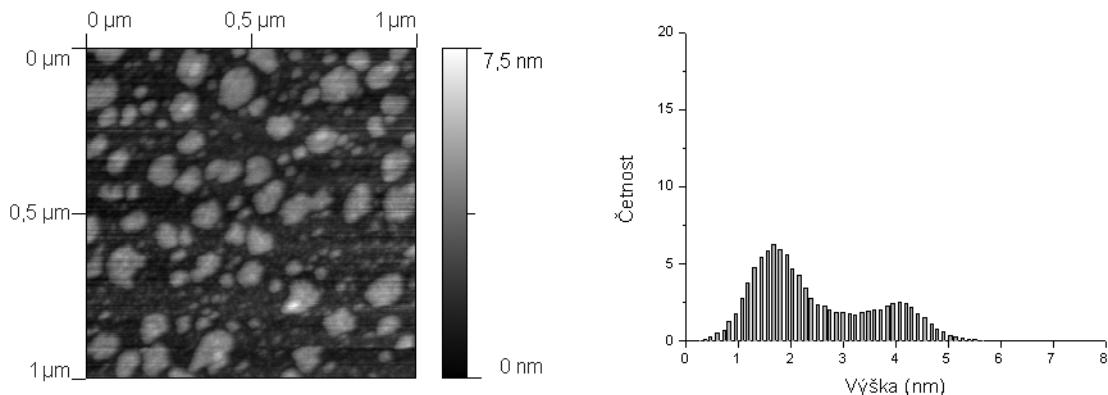


Obrázek A.4: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 6 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

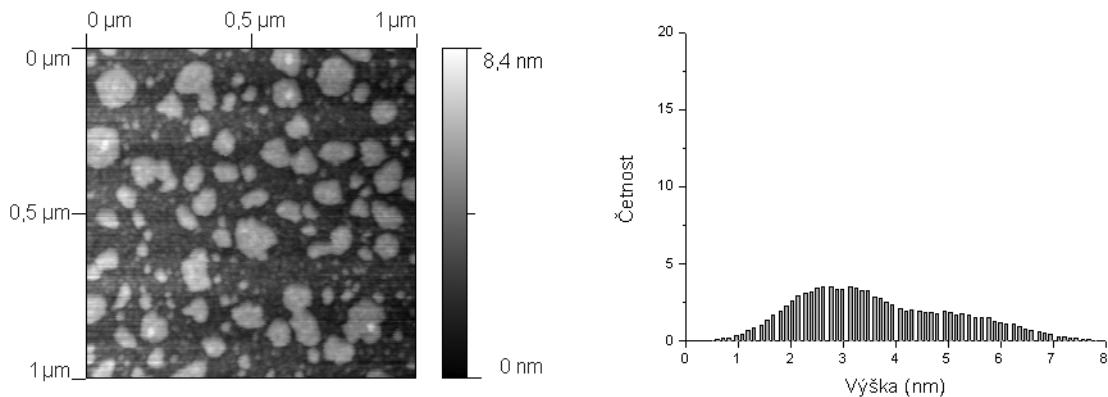


Obrázek A.5: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 7 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

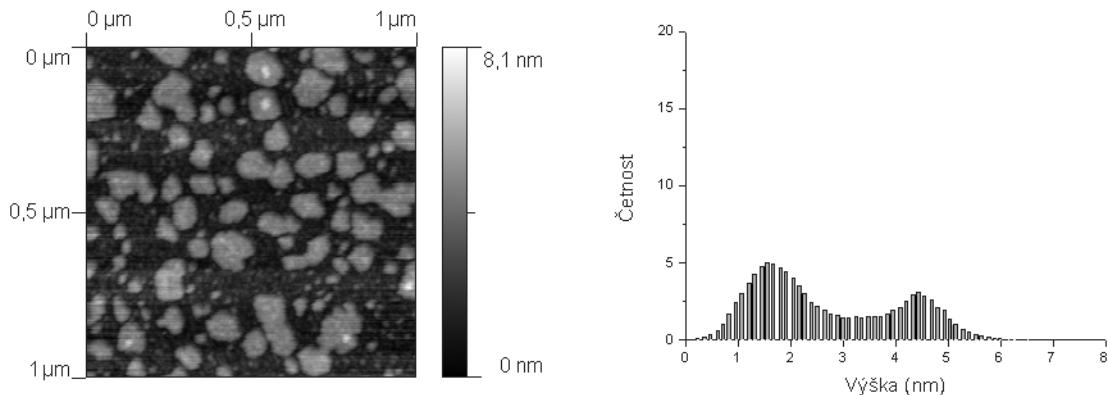
A. TOPOGRAFIE POVRCHU TENKÝCH VRSTEV CO NA SI V PRŮBĚHU STÁRNUTÍ



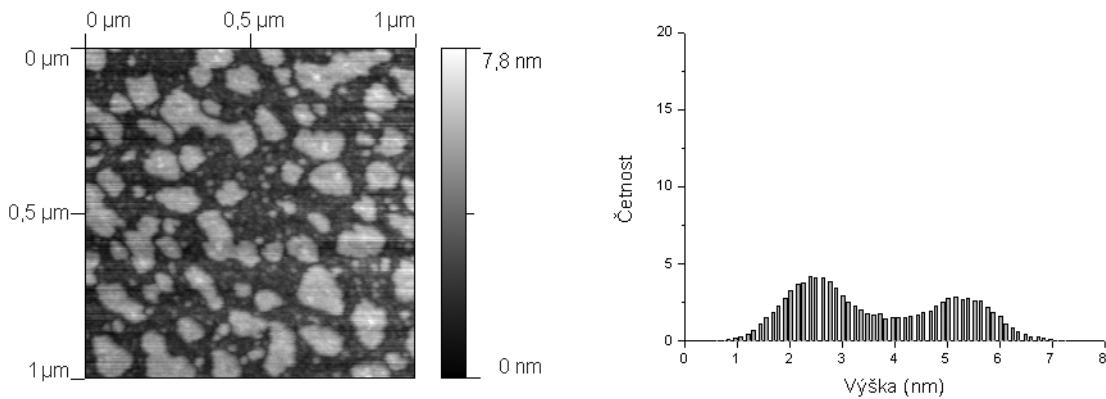
Obrázek A.6: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 8 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



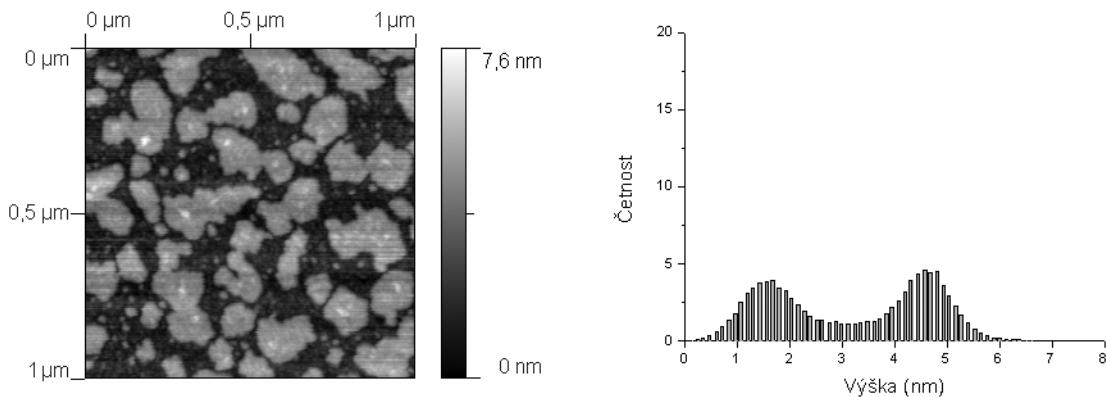
Obrázek A.7: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 9 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



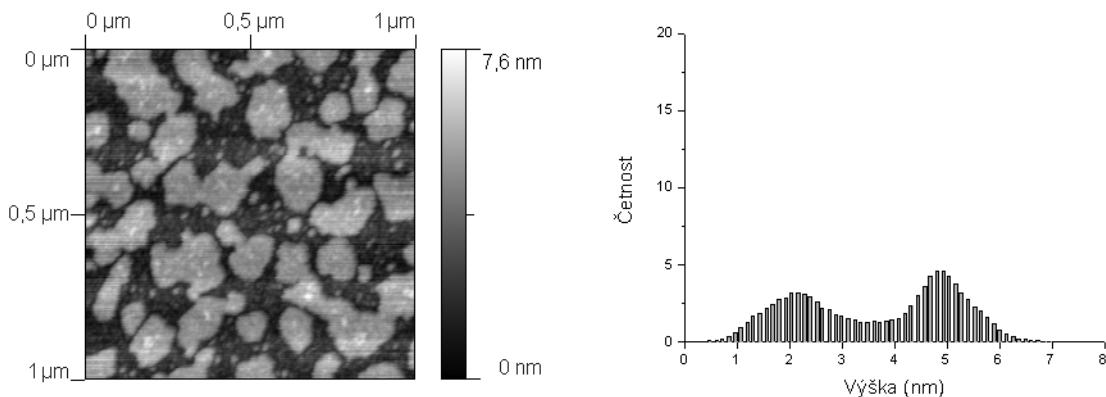
Obrázek A.8: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 10 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



Obrázek A.9: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 11 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



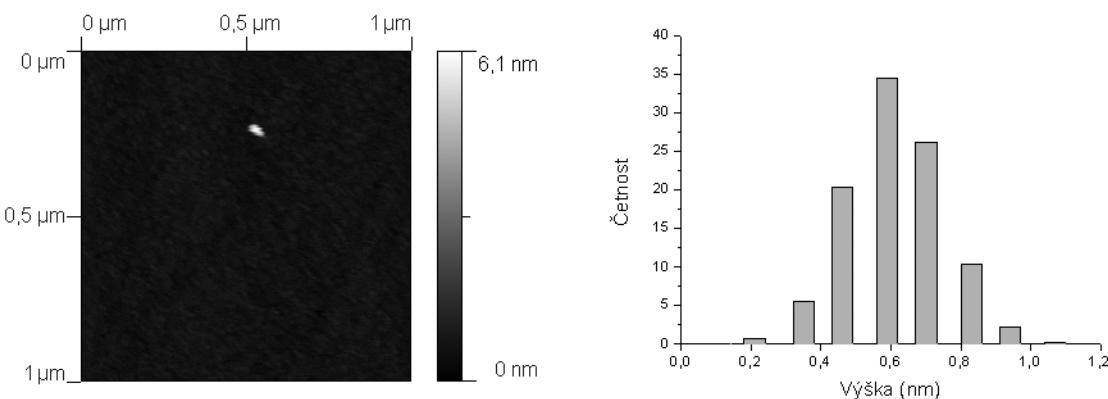
Obrázek A.10: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 14 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



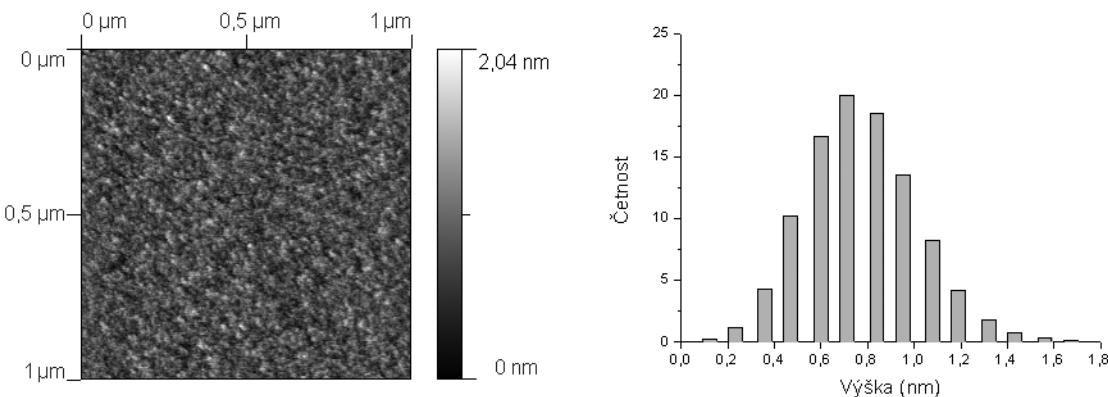
Obrázek A.11: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Co na Si po 15 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

B. Topografie povrchu tenkých vrstev Cu na Si v průběhu stárnutí

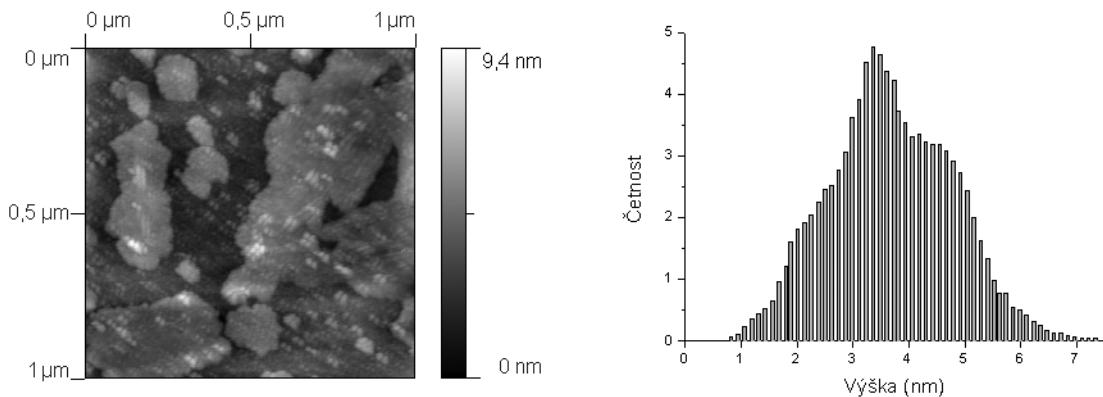
Topografické mapy povrchu vrstev 10 nm Cu na Si v průběhu stárnutí byly měřeny mikroskopem atomárních sil Autoprobe CP-R od společnosti Veeco. Série in situ měření stejného místa na povrchu vzorku vyrobeného dne 13.7.2009 (série B) pro 1.-13., 15. a 17. den expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek byla pořízena v bezkontaktním režimu (NC-AFM). Naměřené topografické mapy byly analyzovány programem VEECO DI SPMLab NT Ver. 6.0.2. Tímto programem byly zjištěny histogramy rozdělení výšek pro jednotlivé mapy.



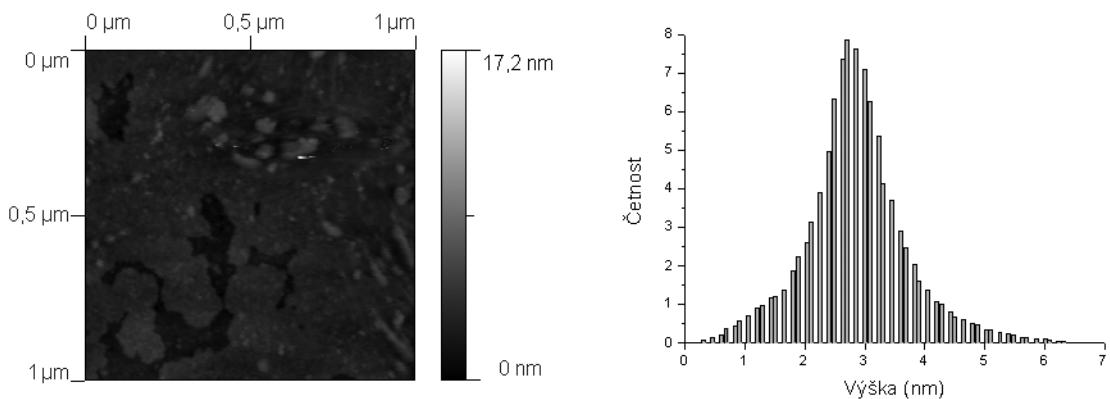
Obrázek B.1: NC-AFM měření počátečního (přibližně dvě hodiny po depozici) stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si a odpovídající histogram rozložení výšek.



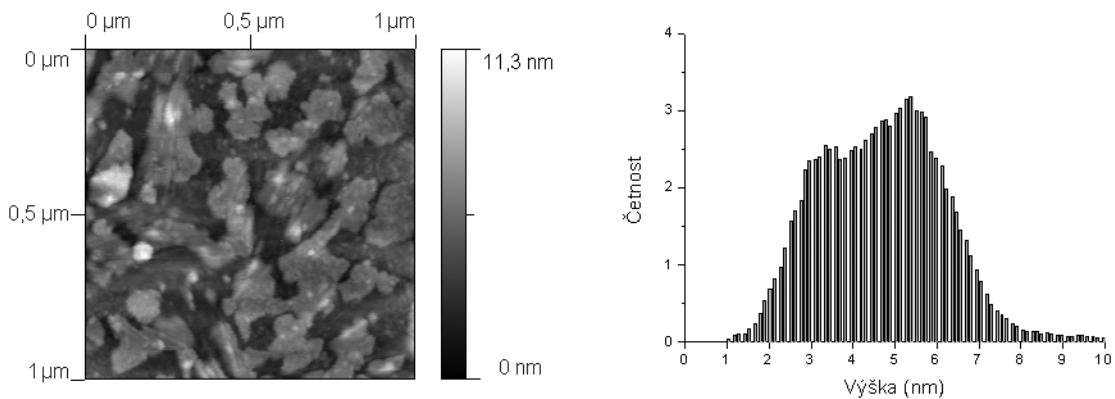
Obrázek B.2: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 2 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



Obrázek B.3: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 3 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

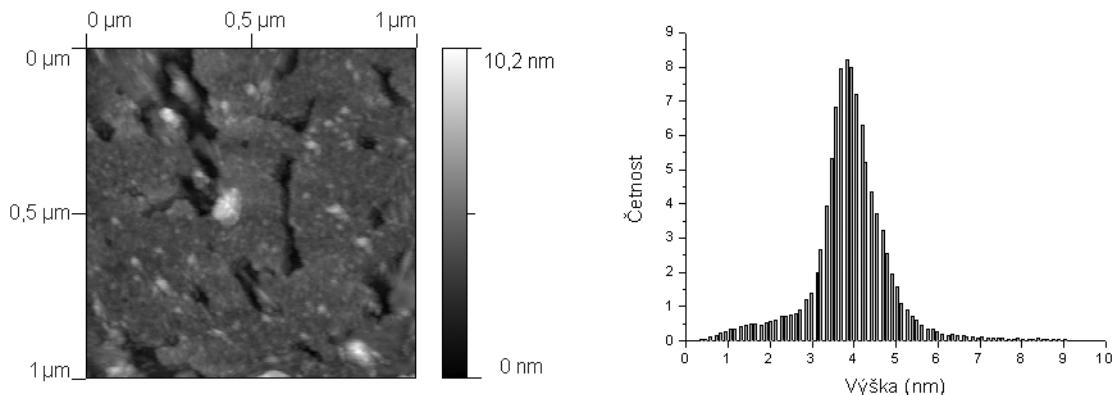


Obrázek B.4: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 4 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

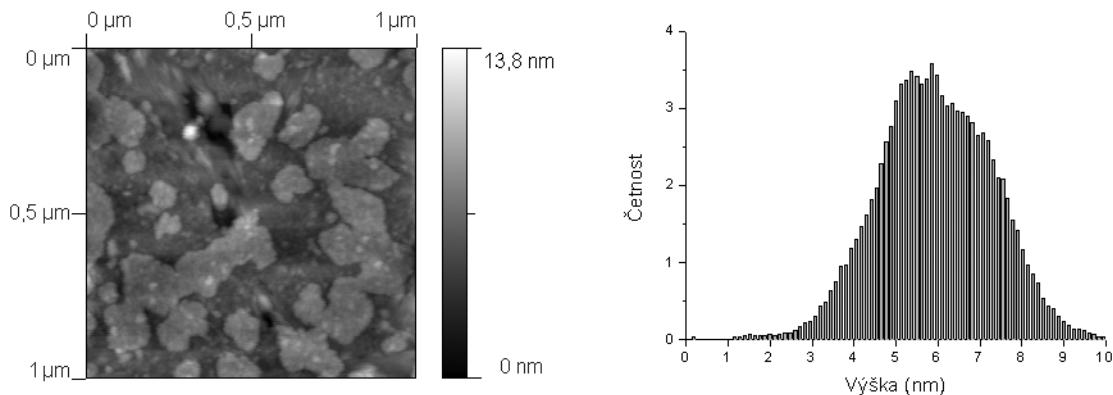


Obrázek B.5: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 5 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

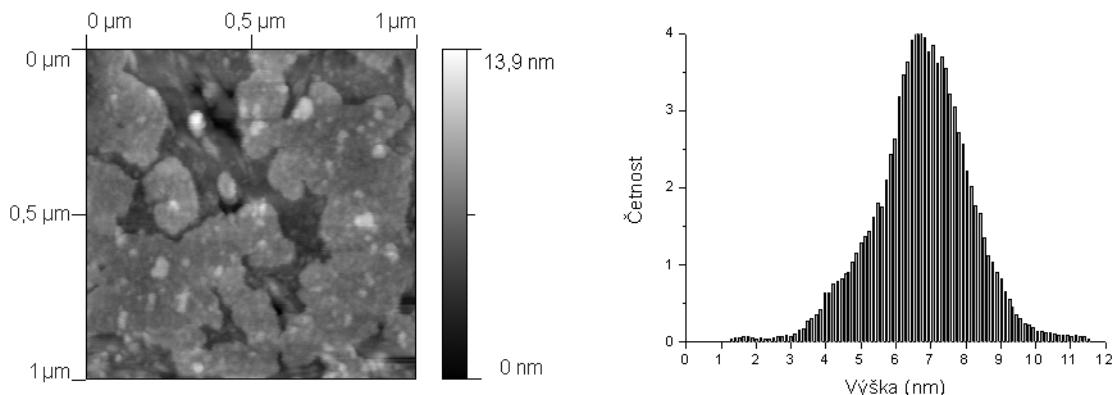
B. TOPOGRAFIE POVRCHU TENKÝCH VRSTEV CU NA SI V PRŮBĚHU STÁRNUTÍ



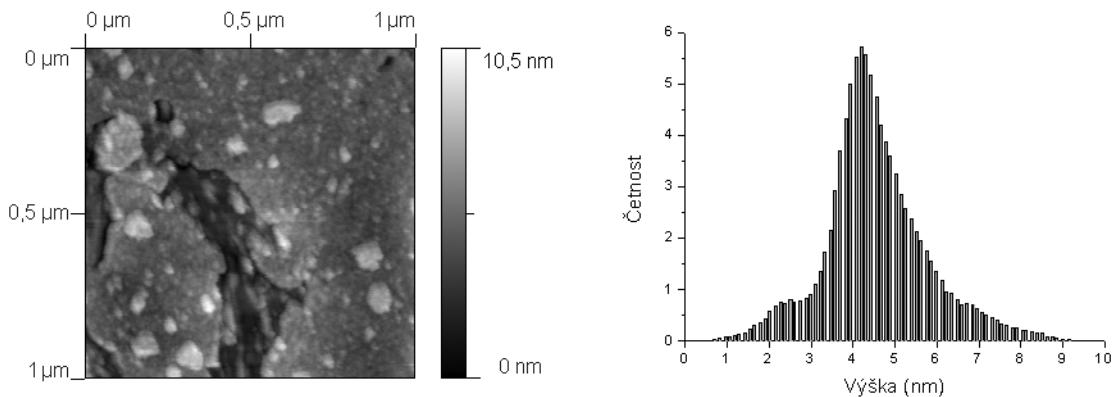
Obrázek B.6: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 6 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



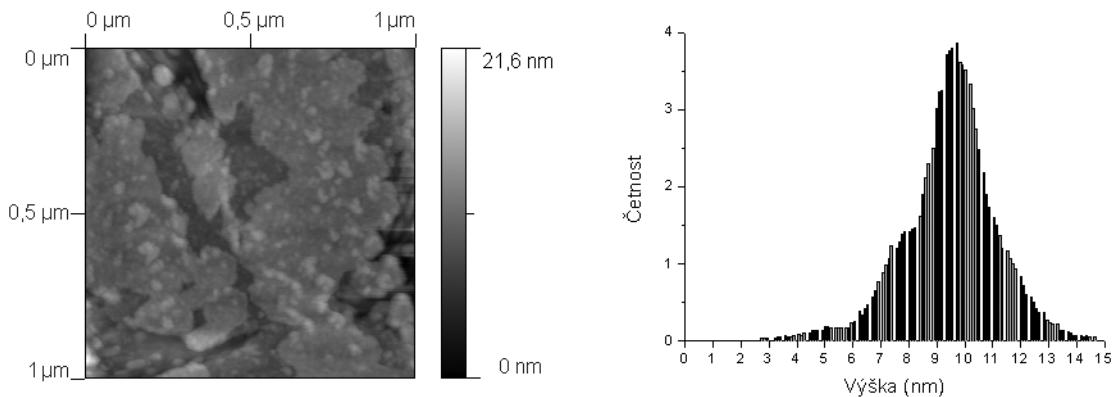
Obrázek B.7: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 7 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



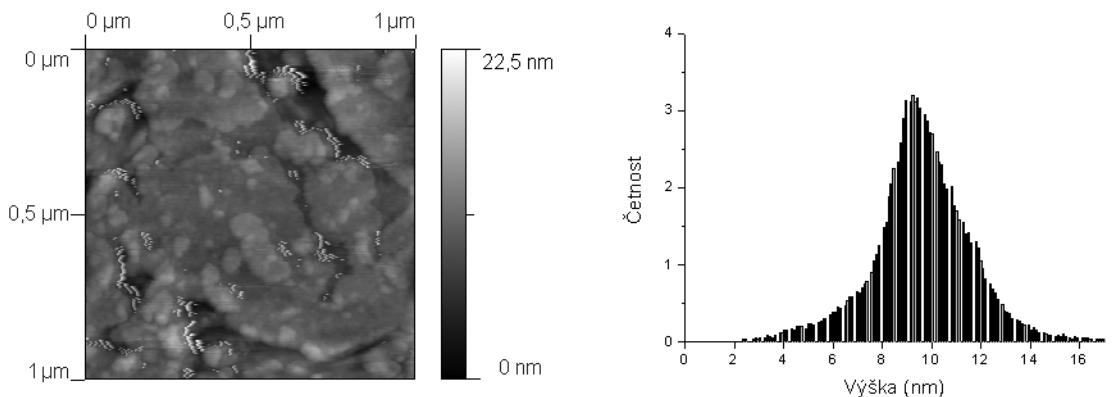
Obrázek B.8: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 8 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



Obrázek B.9: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 9 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

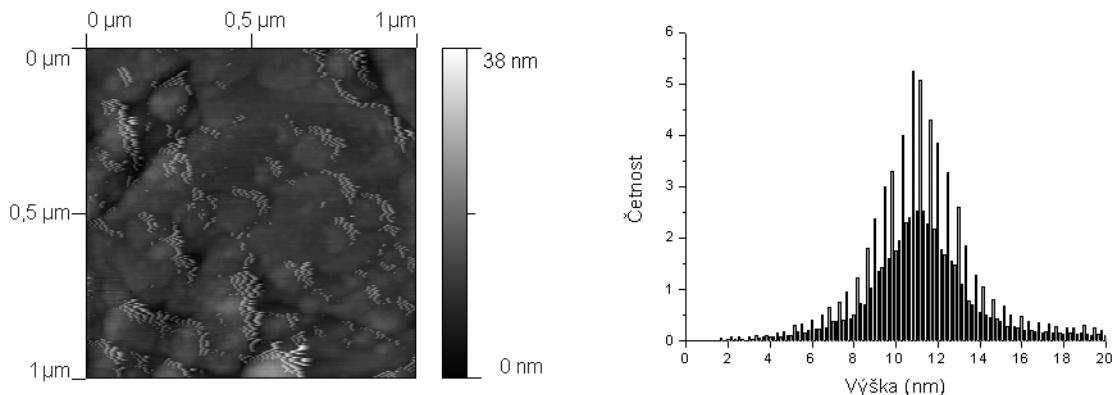


Obrázek B.10: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 10 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

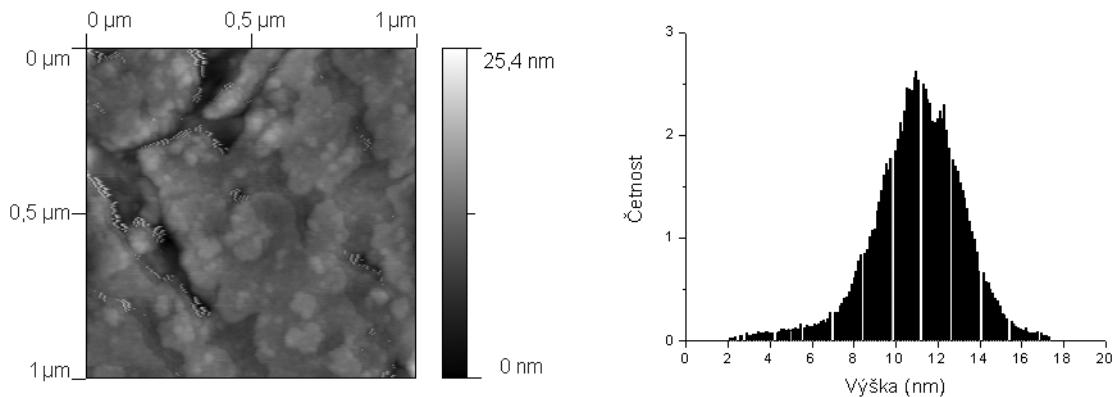


Obrázek B.11: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 11 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.

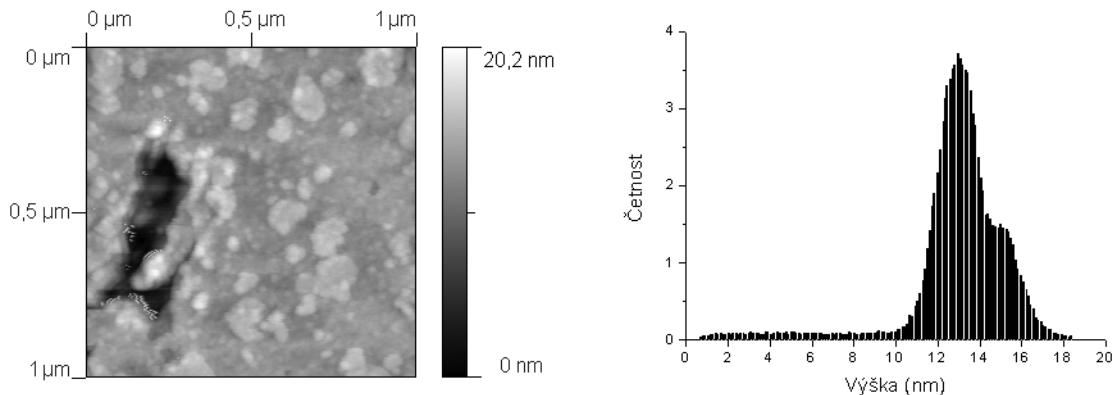
B. TOPOGRAFIE POVRCHU TENKÝCH VRSTEV CU NA SI V PRŮBĚHU STÁRNUTÍ



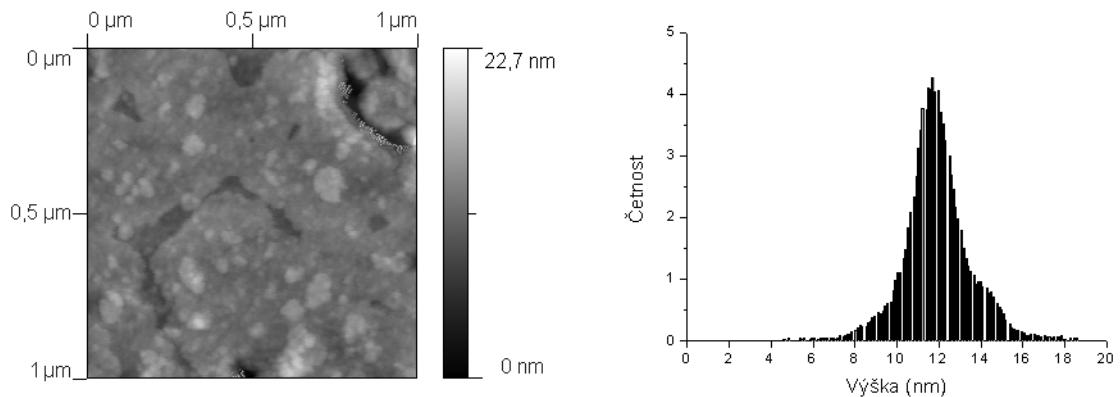
Obrázek B.12: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 12 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



Obrázek B.13: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 13 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



Obrázek B.14: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 15 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.



Obrázek B.15: NC-AFM měření stavu povrchu vrstvy 10 nm Cu na Si po 17 dnech expozice atmosférickým vlivům za pokojových podmínek a odpovídající histogram rozložení výšek.