VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta strojního inženýrství

# BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Brno, 2017 Roman Skladaný

# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING


# ADAPTACE APARATURY UHV SEM PRO TVORBU A CHARAKTERIZACI NANOSTRUKTUR
ADAPTATION OF THE UHV SEM SYSTEM FOR GROWTH AND CHARACTERIZATION OF NANOSTRUCTURES

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**
BACHELOR'S THESIS


**AUTOR PRÁCE** Roman Skladaný
AUTHOR

**VEDOUCÍ PRÁCE** Ing. Michal Páleníček
SUPERVISOR



**BRNO 2017**

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

# Zadání bakalářské práce

| | |
|---|---|
| Ústav: | Ústav fyzikálního inženýrství |
| Student: | **Roman Skladaný** |
| Studijní program: | Aplikované vědy v inženýrství |
| Studijní obor: | Fyzikální inženýrství a nanotechnologie |
| Vedoucí práce: | **Ing. Michal Páleníček** |
| Akademický rok: | 2016/17 |

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

## Adaptace aparatury UHV SEM pro tvorbu a charakterizaci nanostruktur

**Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

V současné době společnost TESCAN Brno, s.r.o., ve spolupráci s Ústavem fyzikálního inženýrství vyvíjí ultravakuový rastrovací elektronový mikroskop (UHV SEM). Byla navržena UHV komora, do které byl instalován elektronový tubus adaptovaný pro UHV. UHV SEM musí umožňovat tvorbu a charakterizaci nanostruktur. Při tvorbě nanostruktur je často nutné ohřívat vzorek na vysoké teploty a současně provádět depozici materiálu na vzorek. Zařízení UHV SEM má umožnit nejenom tvorbu nanostruktur, ale i in-situ sledování této tvorby pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM). Při sledování vznikající nanostruktury může docházet k ohřevu SEM objektivu, který je od vzorku vzdálen jen 9 mm. Zároveň může docházet ke kontaminaci SEM objektivu deponovaným materiálem. Z těchto důvodů je třeba vyvinout zařízení, které uvedené negativní vlivy maximálně eliminuje při zachování schopnosti zařízení pozorovat vznikající struktury pomocí SEM.

**Cíle bakalářské práce:**

1. Navrhněte konstrukční řešení ochrany objektivu rastrovacího elektronového mikroskopu v zařízení UHV SEM s cílem redukovat jeho ohřívání a kontaminaci při tvorbě nanostruktur.
2. Ověřte funkčnost navržené ochrany při tvorbě nanostruktur pomocí experimentu.
3. Optimalizujte měřící protokol pro sledování SEM vznikajících nanostruktur v reálném čase.

**Seznam literatury:**

Cui, Z., Nanofabrication, Principles, Capabilities and Limits, Springer (2008)

Reimer, L., Scanning Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer (1998)

O'Hanlon, J., F., A Users's Guide to Vacuum Technology, Wiley-Interscience (2003)

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17

V Brně, dne

L. S.

| | |
|---|---|
| prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.<br>ředitel ústavu | doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.<br>děkan fakulty |

# Abstrakt

V této bakalářské práci je představeno konstrukční řešení ochrany objektivu ultra vakuového rastrovacího elektronového mikroskopu (UHV SEM), který je součástí komplexní modulární UHV aparatury používané k tvorbě, pozorování a charakterizaci nanostruktur. Jsou vysvětleny hlavní fyzikální a technické principy fungování zařízení UHV SEM. Dále je popsána adaptace efuzní cely používané ke tvorbě ultratenkých vrstev v aparatuře UHV SEM. V další části práce je navrženo konstrukční řešení clony redukující ohřívání a kontaminaci objektivu při in situ růstu a pozorování nanostruktur. V případě chlazení vzorku na kryogenní teploty lze clonou objektivu také chránit vzorek před tepelným zářením z okolí.



# Klíčová slova

UHV SEM, ultratenké vrstvy, vakuová technika, tepelný štít, efuzní cela, kryogenní teploty, konstruování v UHV



# Abstract

This bachelor thesis presents mechanical design of an objective protection of ultrahigh vacuum scanning electron microscope (UHV SEM), which is a part of a complex modular UHV system used for growth, observation and characterisation of nanostructures. Main physical and technical working principles of the UHV SEM system are explained. Furthermore, adaptation of a Knudsen cell used for growth of ultrathin layers in the UHV SEM system is described. Finally, a mechanical design of a shutter reducing overheating and contamination of objective during in situ growth and observation of nanostructures is drafted. The objective shutter also protects the sample from ambient heat radiation in case that sample is cooled to cryogenic temperatures.



# Key words

UHV SEM, ultrathin layers, vacuum technology, thermal shield, Knudsen cell, cryogenic temperatures, UHV mechanical design



SKLADANÝ, R. *Adaptace aparatury UHV SEM pro tvorbu a charakterizaci nanostruktur*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 45 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Michal Páleníček.

# Prohlášení

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma „Adaptace aparatury UHV SEM pro tvorbu a charakterizaci nanostruktur“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu použitých zdrojů na konci práce.

Jako autor uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích osobnostních práv a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení §11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení §270 trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně, dne 18. 05. 2017 .....

(podpis autora)

# Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat Ing. Michalovi Páleníčkovi za trpělivé vedení, cenné připomínky a užitečné rady při vypracování bakalářské práce. Dále děkuji Ing. Petru Báborovi, Ph.D. za pomoc s měřením a konzultace. V neposlední řadě děkuji mé rodině za podporu a pochopení, které mi po celou dobu studia poskytovala.

Roman Skladaný

# Obsah

Úvod ..... 3
1 Hlavní principy fungování UHV SEM ..... 5
1.1 Motivace pro UHV ..... 5
1.2 Dosahování UHV ..... 6
1.2.1 Zdroje částic plynu v UHV komoře ..... 6
1.2.2 Primární vývěvy ..... 7
1.2.3 Sekundární vývěvy ..... 8
1.3 Měření tlaku v UHV ..... 10
1.3.1 Bayard-Alpertova ionizační měrka ..... 11
1.3.2 Penningova ionizační měrka ..... 11
1.4 Rastrovací elektronový mikroskop ..... 12
1.4.1 Elektronové trysky ..... 13
1.4.2 Elektronové čočky ..... 13
1.4.3 Interakce elektronů se vzorkem ..... 14
1.4.4 Detekce elektronů a formování obrazu ..... 14
1.5 Efuzní cela ..... 15
1.6 Popis zařízení UHV SEM ..... 17
2 Adaptace efuzní cely ..... 19
2.1 Kolimátor ..... 21
2.2 Kryt a uzávěrka ..... 22
3 Clona objektivu ..... 23
3.1 Konstrukční návrh funkčního vzorku ..... 24
3.2 Experimentální měření ..... 27
3.2.1 Optimalizace měřicího protokolu ..... 27
3.2.2 První sada měření ..... 29
3.2.3 Druhá sada měření ..... 30
3.3 Konstrukční návrh prototypu ..... 31
3.3.1 Chladicí systém ..... 31
3.3.2 Tepelné odizolování ..... 33
3.3.3 Ostatní součástí ..... 34

Závěr ..... 35
Seznam použitých zdrojů ..... 37
Seznam použitých zkratek a symbolů ..... 41
Seznam příloh ..... 45

# Úvod

Tvorba a charakterizace nanostruktur je v současnosti stále zajímavější a perspektivní obor, především z hlediska využití v polovodičovém průmyslu. V aparatuře UHV SEM vyvíjené společností TESCAN Brno, s.r.o., ve spolupráci s Ústavem fyzikálního inženýrství a Ústavem přístrojové techniky AV ČR, v.v.i., se pro tvorbu ultratenkých vrstev používá mimo jiné také depozice materiálu z atomárního zdroje – efuzní cely. Zařízení UHV SEM umožňuje jako jedno z mála, ne-li jediné, proces depozice a růst nanostruktur pozorovat v reálném čase právě technikou SEM, což s sebou nese několik konstrukčních výzev.

Pozorování růstu ultratenkých vrstev v reálném čase je ztěžováno kvůli konstrukčním nedostatkům používané efuzní cely, což má negativní vliv na kvalitu výsledného obrazu. Při tvorbě ultratenkých vrstev depozicí z efuzní cely je vzorek často zahříván na vysoké teploty. Může tak docházet k zahřívání objektivu tepelným zářením ze vzorku a zároveň ke kontaminaci objektivu a okolních zařízení deponovaným materiálem nebo částicemi desorbovanými ze zahřátých povrchů a vzorku samotného. Při jiných aplikacích je vzorek chlazen na kryogenní teploty. Chlazení vzorku je v současnosti limitováno a zpomalováno tepelným zářením z okolí vzorku.

Tato bakalářská práce má za cíl navrhnout konstrukční řešení minimalizace výše nastíněných problémů. V teoretické části práce jsou vysvětleny hlavní principy fungování UHV SEM se zaměřením na motivaci, která vede k potřebám UHV, jeho dosahování a měření. Je popsán SEM od vzniku elektronového svazku, fokusace svazku a jeho interakce se vzorkem až po formování obrazu. Dále je teorií atomárních svazků přiblížena efuzní cela a teoretická část je ukončena popisem zařízení UHV SEM. Praktická část práce se zabývá adaptací efuzní cely pro pozorování depozice v reálném čase. Je popsán konstrukční návrh funkčního vzorku clony objektivu. Funkční vzorek clony umožňuje provedení experimentálního měření a pomocí naměřených dat je optimalizován konstrukční návrh chlazeného prototypu clony objektivu.

# 1 Hlavní principy fungování UHV SEM

## 1.1 Motivace pro UHV

Tlak, který je v technické praxi považován za ultra vysoké vakuum, se pohybuje v rozmezí $10^{-7}$ Pa až $10^{-10}$ Pa (tab. 1.1). Podmínka UHV je pro tvorbu čistých ultratenkých vrstev depozicí z atomárních zdrojů nezbytná. Rychlost růstu u depozice atomárním zdrojem se pohybuje kolem 1 monovrstvy za sekundu. Pro porovnání, při tlaku v řádu $10^{-3}$ Pa dojde za stejný čas k vytvoření jedné monovrstvy nečistot na vzorku částicovým deštěm[1] (tab. 1.2) To znamená, že v případě špatné kvality vakua (tedy vyššího tlaku) bude docházet k adsorpci částic plynů ze zbytkové atmosféry v komoře na vzorek, což má za následek znečištění vzorku a narušení procesu růstu nanostruktur.

| **Stupeň vakua** | | **Tlak [Pa]** | |
|---|---|---|---|
| | | min | max |
| Nízké | (Low Vacuum – LV) | $3{,}3 \cdot 10^{3}$ | $1{,}0 \cdot 10^{5}$ |
| Střední | (Middle Vacuum – MV) | $1{,}0 \cdot 10^{-1}$ | $3{,}3 \cdot 10^{3}$ |
| Vysoké | (High Vacuum – HV) | $1{,}0 \cdot 10^{-4}$ | $1{,}0 \cdot 10^{-1}$ |
| Velmi vysoké | (Very High Vacuum – VHV) | $1{,}0 \cdot 10^{-7}$ | $1{,}0 \cdot 10^{-4}$ |
| Ultra vysoké | (Ultra-High Vacuum – UHV) | $1{,}0 \cdot 10^{-10}$ | $1{,}0 \cdot 10^{-7}$ |
| Extrémně vysoké | (Extreme Ultra-High Vacuum – XHV) | $\leq 1{,}0 \cdot 10^{-10}$ | |

**Tab. 1.1**: Klasifikace stupňů vakua. Převzato a upraveno z [1].

Dalším důvodem pro požadavek UHV je fakt, že při deponování materiálu je atomární zdroj umístěn od vzorku v určité vzdálenosti. Atomy deponovaného materiálu se nesmí cestou ke vzorku srazit s atomy plynů ve zbytkové atmosféře v komoře, jinak dojde k vytváření nerovnoměrných vrstev. Jejich střední volná dráha $\lambda$ přitom klesá přímo úměrně s rostoucím tlakem $p$ (1.1), a tudíž je zapotřebí mít pro efektivní depozici v komoře co nejnižší tlak. Pro výpočet $\lambda$ platí z kinetické teorie plynů vztah:

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\sigma_{\mathrm{k}} p}, \tag{1.1}$$

kde $\sigma_{\mathrm{k}} = \frac{\pi\delta^2}{4}$ je účinný průřez atomu o průměru $\delta$, $k$ je Boltzmannova konstanta a $T$ je termodynamická teplota [2].

| **Charakteristický parametr** | **Tlak [Pa]** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | $10^{5}$ | $10^{2}$ | $10^{-1}$ | $10^{-4}$ | $10^{-7}$ |
| Hustota částic – $n$ [$\mathrm{cm}^{-3}$] | $10^{19}$ | $10^{16}$ | $10^{13}$ | $10^{10}$ | $10^{7}$ |
| Střední volná dráha – $\lambda$[cm] | $10^{-5}$ | $10^{-2}$ | $10^{1}$ | $10^{4}$ | $10^{7}$ |
| Částicový déšť – $Z_{\mathrm{A}}$ [$\mathrm{cm}^{-2} \cdot \mathrm{s}^{-1}$] | $10^{23}$ | $10^{20}$ | $10^{17}$ | $10^{14}$ | $10^{11}$ |
| Rychlost srážek částic – $Z_{\mathrm{V}}$ [$\mathrm{cm}^{-3} \cdot \mathrm{s}^{-1}$] | $10^{29}$ | $10^{23}$ | $10^{1}$ | $10^{11}$ | $10^{5}$ |
| Doba vytvoření monovrstvy – $\tau$ | 10 ns | 10 µs | 10 ms | 10 s | 3h |

**Tab. 1.2:** Hodnoty charakteristických parametrů vakua. Převzato a upraveno z [1].

[1] Částicový déšť vyjadřuje počet částic, které dopadnou na jednotku plochy za jednotku času.

## 1.2 Dosahování UHV

Dosahování tlaku v řádu $10^{-8}$ Pa je doprovázeno řadou technických a technologických procesů, které musí být dodrženy za cílem efektivního čerpání plynů ze zbytkové atmosféry ve vakuové komoře. Jedná se jak o eliminaci zdrojů plynů a netěsností v komoře, tak o typy použitých vývěv pro získávání a udržování UHV v systému.

### 1.2.1 Zdroje částic plynu v UHV komoře

Při konstrukčním návrhu samotné komory a všech zařízení, které jsou její součástí, musí být brán ohled na volbu použitého materiálu a konstrukčního řešení. Materiály s vysokým tlakem nasycených par (S, P, Cd, Zn) jsou v komoře nežádoucí [3]. Tlak nasycených par prudce roste se zvyšující se teplotou. To znamená, že materiál s vysokým tlakem nasycených par může po zahřátí sublimovat a zvyšovat tím tlak v komoře. Navíc hrozí, že sublimované částice materiálu po dopadu na chladnější povrch zpátky zkondenzují a dojde ke kontaminaci aparatury v komoře [4].

Mezi materiály s nejlepšími mechanickými a fyzikálními vlastnostmi patří chrom-niklová nízkouhlíková austenitická nerezová ocel EN 1.4404 (AISI 316L) nebo ekvivalentní nízkouhlíkové nerezové oceli EN 1.4401 (AISI 316) či EN 1.4301 (AISI 304) [5]. Mezi další UHV kompatibilní a často používané materiály patří slitiny hliníku (dural), měď, keramika (MACOR) [6] a jeden z mála zastoupených plastů – polyeterketon (PEEK) [7].

Problém při čerpání plynů ze zbytkové atmosféry v komoře tvoří taktéž objem plynu uzavřený pod hlavami šroubů, v závitech a na plochách svarů. Jedná se o takzvané virtuální netěsnosti. Používají se proto provrtané šrouby a závitové díry jsou průchozí nebo mají dodatečné otvory pro odvětrání. Veškerý materiál a jednotlivé díly musí být pečlivě vyčištěny a během montáže či manipulace se vzorkem nesmí dojít k jejich kontaminaci.

Před začátkem čerpání částic plynů z vakuové komory je potřebné zamezit jejich vniku do komory a nejlépe úplně odstranit jejich zdroje. UHV komory obvykle disponují různým počtem přírub určených pro přimontování detektorů, vývěv, vakuových měrek a jiných zařízení. V případě UHV komor jsou většinou použity příruby typu CF (ConFlat) (obr. 1.1-a). U tohoto typu se vkládá mezi příruby těsnění z bezkyslíkaté mědi (Cu-OF) ve formě tenkého kroužku (obr. 1.1-b), které utěsní přírubový spoj až do tlaku $1{,}3 \cdot 10^{-10}$ Pa [8]. Obě na sebe dosedající příruby jsou vyrobeny s ostrým břitem, který se po jejich sešroubování „zakousne“ do měděného těsnění. Plynová zátěž prostupem z vnější atmosféry je u tohoto způsobu těsnění zanedbatelná.

a) b)

**Obr. 1.1:** Příruba typu CF (a) a těsnící kroužek (b). Převzato z [8].

Podstatným zdrojem plynů jsou částice adsorbované na stěnách komory po jejím zavzdušnění. Částice plynů ze vzduchu se na stěny komory vážou fyzisorpcí a chemisorpcí [9]. Po každém zavzdušnění komory je pro urychlení dosažení UHV vhodné provést takzvané vypékaní. Je to proces trvající desítky hodin, během kterého je komora zahřána na teploty kolem 125 °C až 250 °C. Při vypékaní komory dochází k desorpci částic, především vody, z povrchů a objemů všech částí exponovaných vakuu.

### 1.2.2 Primární vývěvy

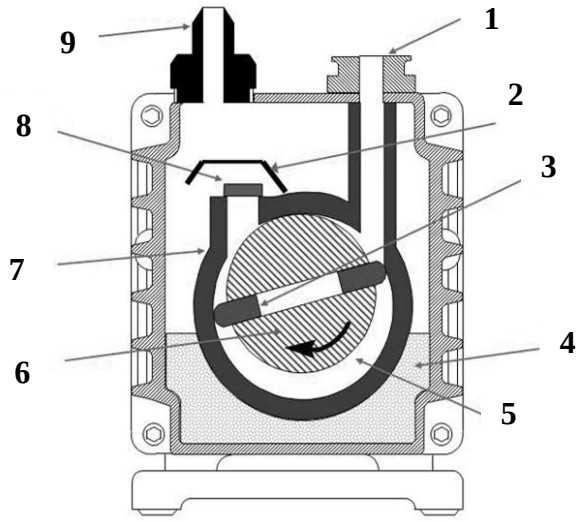
Po minimalizaci zdrojů částic plynu a netěsností v UHV komoře přichází na řadu její čerpání. Mezi charakteristické parametry vývěv patří čerpací rychlost $S$ a mezní tlak $p_0$. Čerpací rychlost udává časovou změnu objemu čerpaného plynu (1.2) a obvykle se uvádí v $\mathrm{l \cdot s^{-1}}$:

$$S = \frac{\mathrm{d}V}{\mathrm{d}t}\,. \tag{1.2}$$

Mezní tlak vývěvy nastane při vyrovnání objemu čerpaného plynu a objemu plynu, který vzniká plynovou zátěží ze všech zdrojů částic plynu čerpané komory. Při dosáhnutí mezního tlaku se čerpací rychlost vývěvy blíží nule [10].

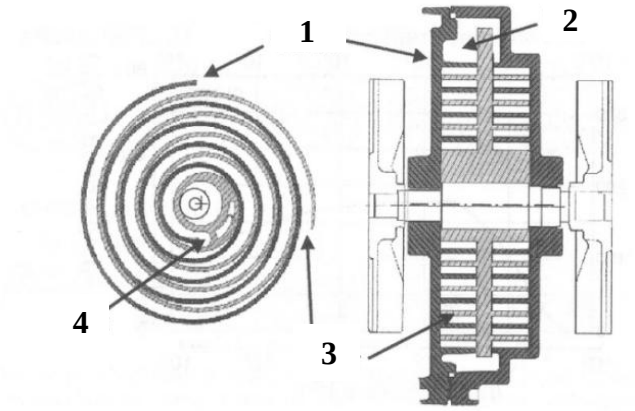
Primární vývěvy jsou používaný především k vytváření nižšího tlaku pro umožnění chodu sekundárních vývěv, které nemohou plyn odvádět výfukem přímo do atmosférického tlaku.

**Rotační olejová vývěva** (obr. 1.2) je typickým představitelem primárních vývěv. Je tvořena excentricky uloženým rotorem s lopatkami roztláčenými pružinou. Otáčením rotoru je plyn uzavřený mezi lopatkami a tělem rotoru vytláčen přes ventil výfuku a ze vstupu je nasáván plyn z komory. Rotační vývěvy jsou levné a spolehlivé, ale kvůli přítomnosti oleje hrozí kontaminace komory, především při přefázování motoru. Olej je nezbytný pro mazání rotoru a snižuje tzv. mrtvý (nevyčerpatelný) objem vývěvy. Otáčením rotoru navíc vzniká teplo a výpary oleje mohou mít škodlivé účinky na lidské zdraví, proto jsou výfuky opatřeny filtrem. Některé rotační vývěvy mají před výfukem ještě připouštěcí ventil, který zabraňuje kondenzaci vody v oleji a zvyšuje kompresní poměr vývěvy. Rotační vývěvy můžou dosahovat čerpacích rychlostí od 0,25 $\mathrm{l \cdot s^{-1}}$ po 80 $\mathrm{l \cdot s^{-1}}$ a mezního tlaku v řádu $10^{-2}$ Pa [11].




**Obr. 1.2:** Schematický řez rotační olejovou vývěvou. 1) vstup, 2) kryt, 3) lopatka, 4) olej, 5) objem plynu 6) rotor 7) stator, 8) ventil, 9) výfuk. Převzato a upraveno z [12].

Druhým známým a často používaným typem primární vývěvy je **spirálová (šneková) vývěva** (obr. 1.3). Sestává se ze dvou spirál – statoru a excentricky umístěného rotoru, který kolem ní krouží, ale neotáčí se. Postupným vzájemným odvalováním ploch spirál vytlačuje plyn ze vstupní komory do výfuku vývěvy. Spirálové vývěvy mají nižší rychlost čerpání, ale výhodou je jejich provoz bez nutnosti mazání olejem. Spirálové vývěvy slouží opět zejména k předčerpávání sekundárních vývěv. Spirálovými vývěvami lze čerpat s rychlostí 1 $l \cdot s^{-1}$ až kolem 250 $l \cdot s^{-1}$ a mezní tlak se může řádově blížit $10^{-2}$ Pa [13].

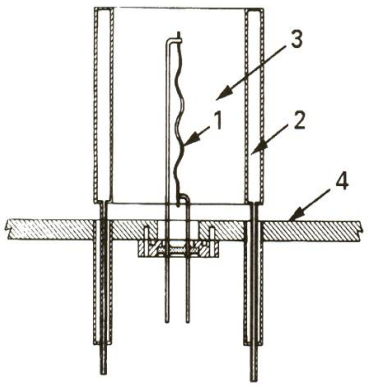



**Obr. 1.3:** Schematický řez spirálovou vývěvou.
1) stator, 2) vstupní komora, 3) rotor, 4) výfuk. Převzato a upraveno z [14].

### 1.2.3 Sekundární vývěvy

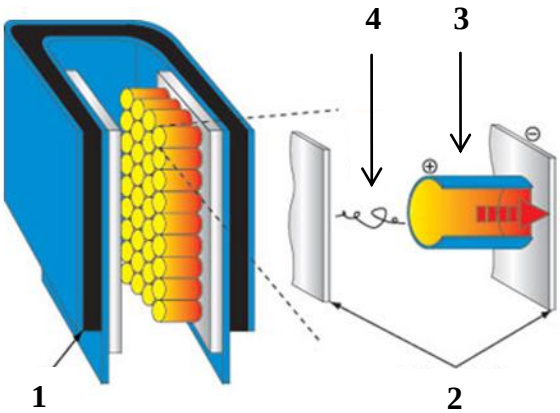
Sekundární vývěvy jsou používány k dosahování a udržování nízkého tlaku v UHV systému. Lze je rozdělit podle metody čerpání na vývěvy pohlcující plyn a vývěvy odvádějící plyn.

Mezi vývěvy fungující na principu pohlcování částic plynu patří **titanová sublimační vývěva** (obr. 1.4). Ta využívá vlákno z titanu nebo wolframu obaleného titanem. Titan z vlákna při žhavení sublimuje a během letu k chlazeným stěnám vývěvy, kde kondenzuje, se sebou strhává částice plynu. Vytváří tak tenkou aktivní vrstvu, se kterou chemicky reagují molekuly $H_2$, $N_2$ a $O_2$ nebo jsou tyto plyny fyzicky uvězněny pod povrchem kontinuálního toku nově dopadajících částic titanu. Čerpací rychlost titanové sublimační vývěvy závisí na velikosti povrchu aktivní vrstvy a je to přibližně 3 $l \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$, přičemž mezní tlak může řádově nabývat hodnot až kolem $10^{-9}$ Pa [11].




**Obr. 1.4:** Schéma titanové sublimační vývěvy v řezu.
1) titanové vlákno, 2) chlazení, 3) stěny pokrývané titanem, 4) příruba. Převzato z [14].

Velice často používaným typem pohlcovacích vývěv je **iontová vývěva** (obr. 1.5). Iontová vývěva funguje na základě ionizace plynu v Peninngových celách [14], kde jsou elektrony emitovány z katody a urychlovány k anodě. Magnetické pole v cele způsobuje zakřivení trajektorie elektronů do šroubovice, čímž dochází k výraznému prodloužení doby letu elektronů. Delší doba letu elektronů zvyšuje pravděpodobnost ionizace plynu. Vzniklé ionty jsou následně přitahovány elektrickým potenciálem na katodě. Povrch katody je pokrytý titanem a ionty jsou dostatečné energetické na to, aby titan z povrchu při svém dopadu odprašovali. Dochází tak ke stejnému jevu jako u titanové sublimační vývěvy, a tudíž k pohlcování iontů na povrchu. Hlavní výhodou iontové vývěvy je čistý chod bez vibrací a schopnost čerpat inertní plyny a metan, na rozdíl od titanové sublimační vývěvy. U iontových vývěv může čerpací rychlost řádově dosahovat až 7000 $l \cdot s^{-1}$, s řádovým mezním tlakem $10^{-9}$ Pa [11].

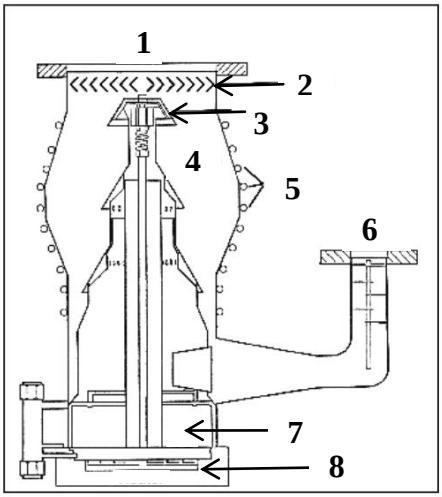



**Obr. 1.5:** Ilustrativní řez iontovou vývěvou a detail Penningovy cely. 1) magnet, 2) Ti/Ta platně, 3) Penningova cela, 4) trajektorie elektronu. Převzato a upraveno z [15].

Známým reprezentantem vývěv odvádějících plyn z UHV komor je **turbomolekulární vývěva** (obr. 1.6). Zde je uplatněn princip předávání hybnosti molekulám plynu prostřednictvím srážek s lopatkami statoru a rotoru, které jsou sklopeny o určité úhly v různých patrech vývěvy. Rotor se otáčí rychlostí v řádu desítek tisíc otáček za minutu a s vysokou čerpací rychlostí (až do 10 000 $l \cdot s^{-1}$) dostává plyn z komory do výfuku za mezního tlaku $10^{-8}$ Pa [11]. Nevýhodou turbomolekulárních vývěv je mechanický pohyb, který s sebou do systému vnáší nechtěné vibrace. Další problém je způsoben rizikem kontaminace z mazání ložisek, kterému se dnes už dá předejít použitím magnetických ložisek. Tato vývěva dosahuje nízké efektivity při čerpání lehkých částic (He a $H_2$).

**Obr. 1.6:** Řez turbomolekulární vývěvou. Převzato z [16].

Předávání hybnosti je použito k odvádění plynu z komory také u olejové **difuzní vývěvy** (obr. 1.7). Plyn je strháván směrem k výfuku nadzvukovým proudem nereaktivních molekul oleje o vysoké hmotnosti a nízké teplotě nasycených par. Nasycená olejová pára putuje z ohřívaného zásobníku přes trysky, kde je rapidně urychlovaná zpět k zásobníku. Cestou se sebou strhává molekuly plynu a při dopadu na chlazené stěny vývěvy rychle kondenzuje a stéká do zásobníku. Molekuly plynu putují do výfuku, odkud jsou čerpány primární vývěvou. Za vstupem do vývěvy je lamelový filtr zabraňující olejovým párám uniknout do komory a chlazené víko, na kterém většina ušlých par kondenzuje. Olejová difúzní vývěva pracuje téměř bez vibrací, ale sebemenší porucha může vést ke kontaminaci komory olejem. Čerpací rychlost se řádové pohybuje od $10^2$ l · $s^{-1}$ až do $10^4$ l · $s^{-1}$ a mezní tlak je v řádu $10^{-7}$ Pa [11].




**Obr. 1.7:** Schéma olejové difuzní vývěvy v řezu. 1) vstup, 2) lamelový filtr, 3) víko, 4) trysky, 5) chlazení, 6) výfuk, 7) olej, 8) ohřívač. Převzato a upraveno z [17].

## 1.3 Měření tlaku v UHV

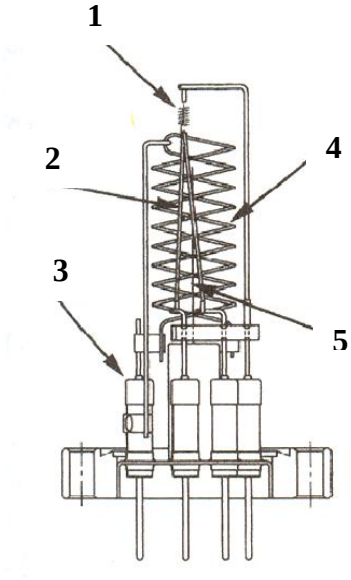
Tlak ve zbytkové atmosféře vakuové komory lze měřit vakuovými měrkami. Existuje mnoho rozlišných měrek pro měření tlaku v různém rozsahu (tab. 1.3). Podle způsobu měření je lze rozdělit na dva druhy. Absolutní měrky využívají mechanické deformace pevné (membránová měrka) nebo tekuté stěny (U-trubice) vlivem rozdílných tlaků. Nepřímé měrky naopak fungují na principu měření veličin nepřímo závislých na tlaku a to především přenosu impulzu (viskózní měrky), tepla (Piraniho měrka) nebo elektrického náboje (Bayard-Alpertova a Penningova měrka). Na rozdíl od absolutních měrek nejsou určeny pro měření tlaku všech plynů a jsou kalibrovány pro konkrétní plyn ($N_2$, He, $H_2$, Ar...) [18].

| **Měrka** | **Tlak [Pa]** | |
|---|---|---|
| | min | max |
| Membránová | $10^2$ | $10^5$ |
| U-trubice | $10^{-1}$ | $10^5$ |
| Viskózní | $10^{-5}$ | $10^1$ |
| Piraniho | $10^{-1}$ | $10^2$ |
| Bayard – Alpertova | $10^{-8}$ | $10^{-1}$ |
| Penningova | $10^{-7}$ | $10^1$ |

**Tab. 1.3:** Rozsahy pracovních tlaků vybraných vakuových měrek. Hodnoty převzaty z [19].

### 1.3.1 Bayard-Alpertova ionizační měrka

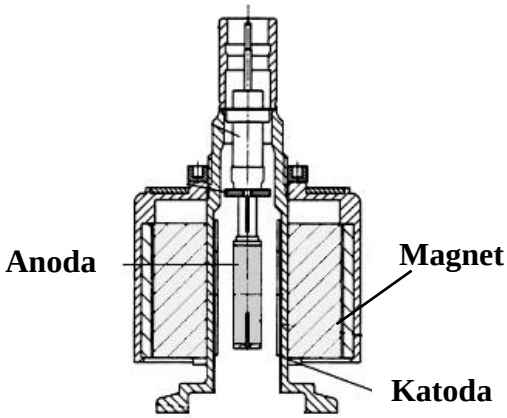
Bayard-Alpertova měrka [20] (obr. 1.8) využívá elektrony vylétávající ze žhaveného vlákna (katody), které jsou urychlovány k mřížce (anodě). Cestou k mřížce se elektrony srážejí s částicemi plynu ve zbytkové atmosféře a ionizují je. Elektrony, které se nesrazí, jsou přitahovány zpět potenciálem na mřížce, čímž se zvyšuje jejich dráha a pravděpodobnost ionizace. Vzniklé ionty jsou přitahovány uzemněným kolektorem nacházejícím se uvnitř mřížky. Tlak je měřen nepřímo, pomocí měření kladného proudu iontů na kolektoru.




**Obr. 1.8:** Schematický řez Bayard-Alpertovy ionizační měrky. 1) nosná pružina vlákna, 2) vlákno, 3) průchodka, 4) mřížka, 5) kolektor. Převzato a upraveno z [14].

### 1.3.2 Penningova ionizační měrka

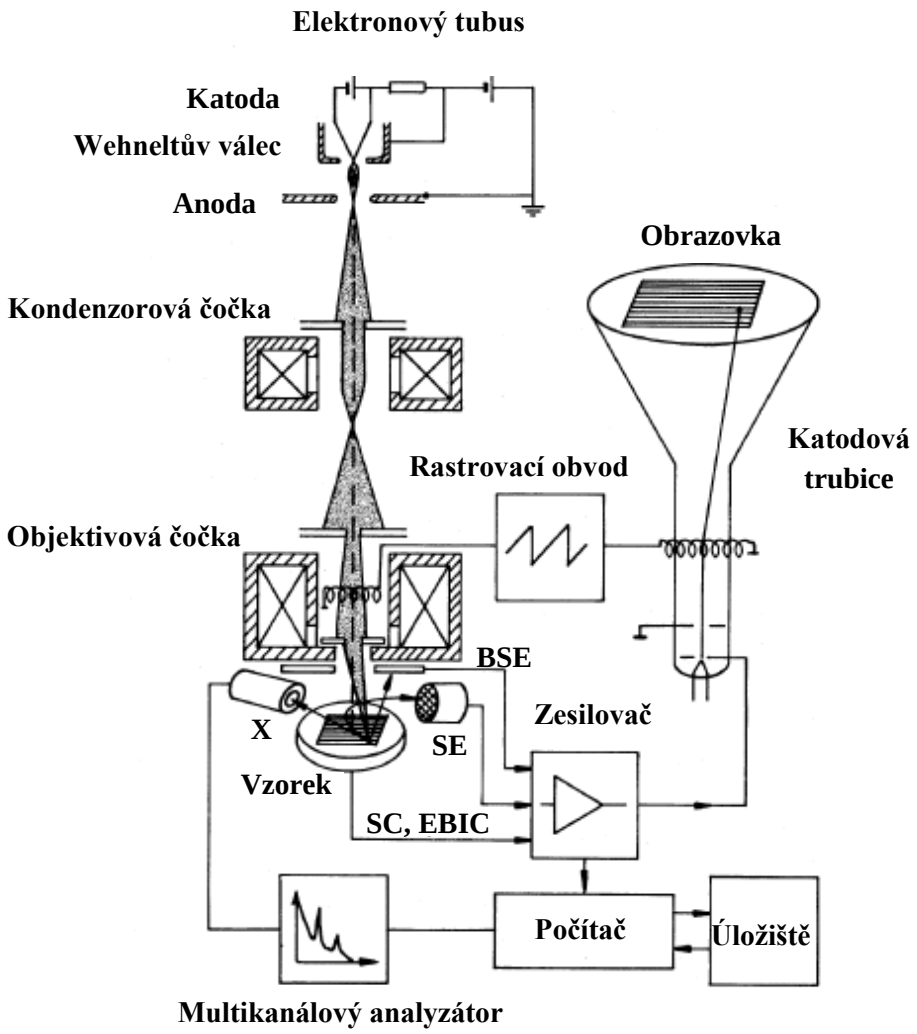
Penningova ionizační měrka [20] (obr. 1.9) funguje na principu ionizace plynu zbytkové atmosféry v Penningově cele, stejně jako u iontové vývěvy. Elektrony jsou emitovány z katody elektrickým polem. Vlivem vnějšího magnetického pole konají pohyb se spirálovitou trajektorií. Srážkami jsou ionizovány částice plynu. Vzniklé ionty jsou přitahovány na katodu, která už ale není pokrytá titanem, a tlak je měřen nepřímo z katodového proudu iontů.




**Obr. 1.9:** Schematický řez Penningovou ionizační měrkou. Převzato a upraveno z [21].

## 1.4 Rastrovací elektronový mikroskop

Rastrovací elektronový mikroskop (Scanning Electrone Microscope – SEM) (obr. 1.10) je zařízení umožňující pozorování a charakterizaci struktur v řádech mikrometrů až nanometrů. Pro vytváření 2D a 3D obrazů pozorovaného vzorku je použit fokusovaný elektronový svazek. Svazek vzniká v elektronové trysce a cestou tubusem je fokusován do úzkého svazku, který po interakci se vzorkem způsobuje emitaci signálu ve formě sekundárních (Secondary Electrons – SE), zpětně odražených (Backscattered Electrons – BSE) nebo Augerových elektronů (AE), brzdného rentgenového záření (X), fotonů, fononů a plazmonů [22], které jsou zachycovány detektory a následně zobrazeny pomoci počítače. Lze také měřit proud indukovaný elektronovým svazkem (Electron Beam Induced Current – EBIC) a proud na vzorku (Specimen Current – SC).




**Obr. 1.10:** Princip činnosti SEM. Převzato a upraveno z [23, s. 2].

SEM je jedním z nejuniverzálnějších zařízení pro pozorování a charakterizaci pevných látek. Dosahuje rozlišení v řádu až 1 nm a vyznačuje se schopností dosáhnout velké hloubky ostrosti, která ve výsledku dodává topografickému obrazu povrchu 3D vzhled. Základní princip činnosti SEM, který byl navržen v roce 1938 německým fyzikem a vynálezcem Manfredem von Ardenne [24], zůstal dodnes nezměněn a elektronová mikroskopie se stala předmětem zájmu komerčních firem, výzkumných center a vzdělávacích organizací.

### 1.4.1 Elektronové trysky

Elektronové trysky vytvářejí svazek primárních elektronů o energii v řádu jednotek až desítek keV. Elektrony vylétají z povrchu katod po překonání výstupní práce. Podle typu emise se elektronové trysky rozdělují na dva základní druhy – termoemisní a autoemisní [22].

U termoemisní trysky jsou elektrony získávány ze žhaveného wolframového vlákna nebo $LaB_6$ (hexaborid lanthanu) hrotu. Emitované elektrony tvoří široký kužel, který je prostorově ořezán pomocí Wehneltova válce. Primární svazek je následně urychlen uzemněnou anodou směrem k soustavě elektromagnetických čoček, které jsou stručně popsány v následující podkapitole. Wolframové vlákna jsou levné a pro svůj provoz nevyžadují vysokou čistotu vakua. Katody z $LaB_6$ mají nižší výstupní práci, díky čemu je lze provozovat za nižších teplot [25]. To znamená, že mají delší životnost, ale jejich výroba je dražší.

Autoemisní katody využívají pro vytahování elektronů vysoké napětí, které způsobuje snížení potenciálové bariéry povrchu a usnadní tunelování elektronů ven z katody [26]. Katoda je většinou z krystalu wolframu. Autoemisní trysky jsou rovněž žhaveny, avšak na mnohem nižší pracovní teploty (tab. 1.4). Namísto Wehneltova válce je použita extrakční elektroda. Existuje ještě tzv. Schottkyho katoda, která používá wolframové vlákno s rezervoárem $ZrO_2$ pro snížení výstupní práce.

| Typ trysky | Typ katody | Pracovní teplota [K] | Pracovní tlak [Pa] | Životnost [hod.] |
|---|---|---|---|---|
| termoemisní | W vlákno | 2700 | $10^{-3}$ | 60-200 |
| termoemisní | $LaB_6$ | 2000 | $10^{-4}$ | 1000 |
| autoemisní | W krystal | 300 | $10^{-8}$ | $> 2000$ |
| autoemisní | Schottkyho | 1800 | $10^{-6}$ | $> 2000$ |

**Tab. 1.4:** Provozní parametry elektronových trysek. Převzato a upraveno z [22].

### 1.4.2 Elektromagnetické čočky

V případě SEM jsou použity elektromagnetické čočky, které jsou umístěny v tubusu, podél dráhy elektronů. Využívají se k fokusaci elektronového svazku a jeho zaostření na vzorek v co nejmenším průměru. Na elektron s nábojem $-e$ procházející elektromagnetickým polem čočky rychlostí $\vec{v}$ působí Lorentzova síla

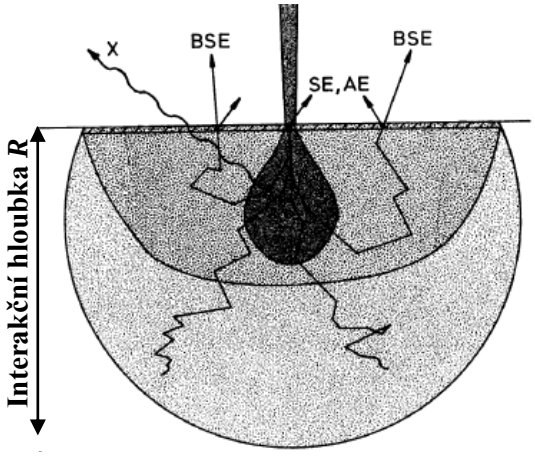
$$\vec{F} = -e\left(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}\right), \tag{1.3}$$

kde $\vec{E}$ je intenzita elektrického pole a $\vec{B}$ je magnetická indukce elektromagnetické čočky.

Svazek prvně prochází jednou nebo více kondenzorovými čočkami, kde je fokusován. Kondenzorovými čočkami lze také upravovat proud primárních elektronů [23, s. 31]. Finální fokusace svazku na vzorek probíhá v objektivové čočce, která má v sobě ještě rastrovací cívky a cívku stigmátoru. Stigmátor slouží pro korekci astigmatizmu, který spolu s komou, sférickou a chromatickou vadou představuje čočkové vady elektronových mikroskopů [23, s. 24-27]. Ty na rozdíl od optických čoček nelze úplně potlačit vhodnou kombinací čoček, ale lze je pouze minimalizovat.

### 1.4.3 Interakce elektronů se vzorkem

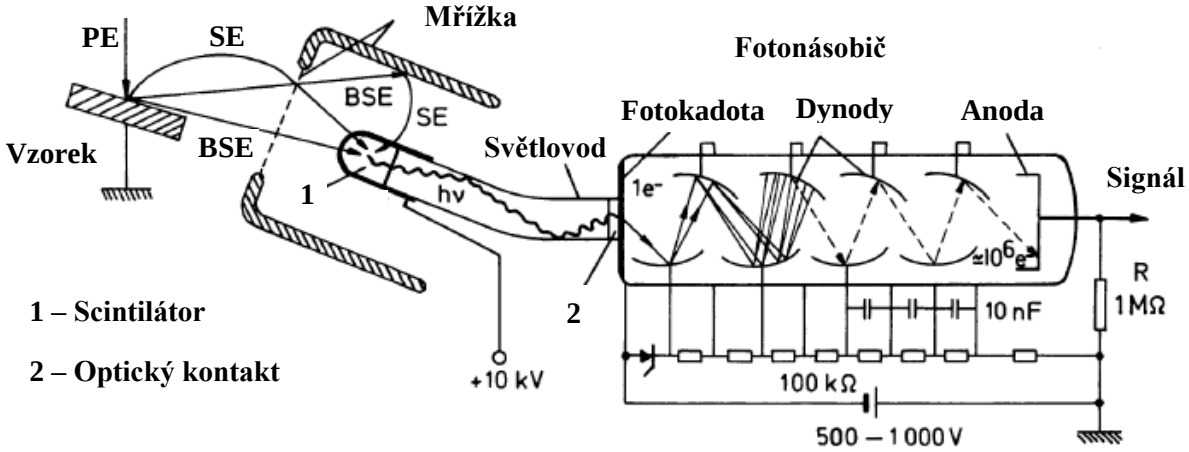
I když je průměr svazku dopadajícího na povrch v řádu nm, elastické srážky primárních elektronů (PE) s atomy vzorku a především s protony v jádře[2] způsobují odklon elektronů od místa dopadu. Vzniká tak interakční objem ve tvaru hrušky, s interakční hloubkou $R$ v řádu 10 nm až 10 $\mu$m [23, s. 3] (obr. 1.11). Při elastických srážkách vznikají zpětně odražené elektrony (BSE), které mají větší energii (> 50 eV), zatím co u neelastických srážek dochází ke vzniku méně energetických sekundárních elektronů (SE) ($\leq$ 50 eV). SE mohou navíc vznikat nejen nárazem PE, ale také interakcí s BSE, které směrují ven ze vzorku. Z interakčního objemu jsou dále emitovány Augerovy elektrony (AE), X záření a jiné.




**Obr. 1.11:** Interakce elektronů se vzorkem. Převzato a upraveno z [23, s. 5].

### 1.4.4 Detekce elektronů a formování obrazu

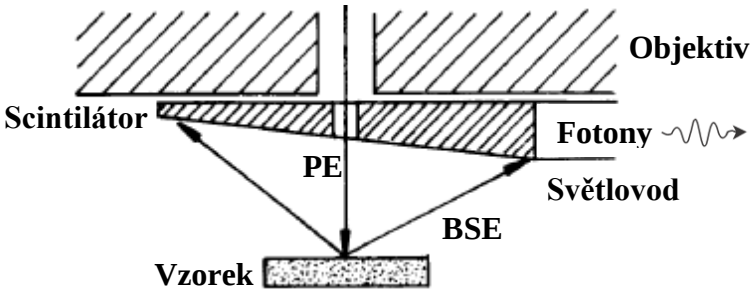
Detekce SE je nejčastěji prováděna pomoci základního typu detektoru Everhardt-Thornley (E-T) [27]. V detektoru E-T (obr. 1.12) jsou kladným napětím na mřížce přitahovány SE, které jsou následně urychleny vysokým napětím na scintilátoru. SE po dopadu na povrch scintilátoru emitují fotony. Fotony jsou dále světlovodem vedeny k fotonásobiči, kde jsou fotokatodou opět převedeny na elektrony a dochází k jejich kaskádovitému násobení na dynodách, až skončí na anodě. Po zesílení je elektrický signál dále zpracován počítačem.



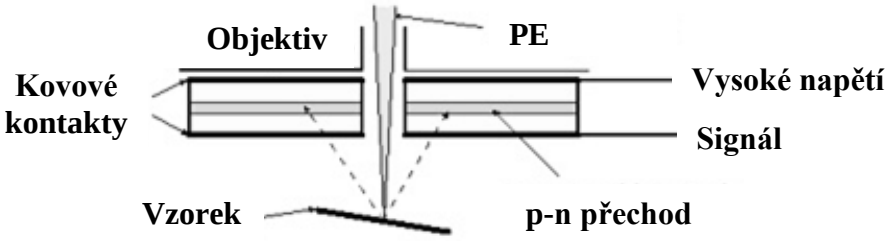

**Obr. 1.12:** Schematický řez SE detektorem typu E-T. Převzato a upraveno z [23, s. 174].

[2] Pravděpodobnost elastické srážky elektronu roste s protonovým číslem atomu $Z$ a je úměrná $\sim Z^2$ [23, s. 57].

Pro detekci BSE lze použít detektor typu E-T se záporným napětím na mřížce, které odpuzuje nízkoenergetické SE, a pouze BSE s vysokou energií se dostanou na scintilátor. Tento způsob detekce BSE má malý zisk signálu, a proto jsou častěji používány pasivní scintilační [23, s. 190] nebo polovodičové detektory [28]. V obou těchto případech je detektor umístěn přímo nad vzorkem a má kruhový otvor, který je souosý s objektivem. Pasivní scintilační BSE detektor (obr. 1.13) má uzemněný krystalový scintilátor a jen vysokoenergetické BSE jsou schopny vyrážet fotony z krystalu. U polovodičových BSE detektorů (obr. 1.14) jsou dopadem energetických BSE produkovány páry elektron – díra a je měřen jejich proud.




**Obr. 1.13:** Schéma pasivního scintilačního BSE detektoru.
Převzato a upraveno z [23, s. 190].




**Obr. 1.14:** Schéma polovodičového BSE detektoru. Převzato a upraveno z [28].

Formování obrazu závisí především na urychlovacím napětí elektronové trysky, průměru svazku na vzorku, jeho proudové hustotě a aperturním úhlu. Urychlovací napětí určuje hloubku elektronového rozsahu pro SE a BSE a teda hloubku interakčního objemu. Nízké urychlovací napětí (~ 5 kV) je používáno pro pozorování povrchu vzorku, kdežto vysoké napětí (~ 30 kV) je lepší pro zisk informací pod povrchem vzorku. Průměr svazku na vzorku udává rozlišení mikroskopu – čím menší je jeho průměr, tím užší je interakční objem. Světlost obrazu je daná proudovou hustotou svazku, která ovlivňuje počet SE a BSE vyražených a detekovaných ze vzorku. Nakonec je obraz ovlivněn aperturním úhlem svazku – pro menší aperturní úhly lze získat větší hloubku ostrosti obrazu.

## 1.5 Efuzní cela

Efuzní cela je typ atomárního zdroje fungujícího na principu zahřívaní deponovaného materiálu, který vytváří efuzní tok neutrálních atomů s nízkou kinetickou energií. Tok částic lze považovat za efuzní, pokud během letu atomů tělem zdroje nedochází ke kolizím s jejími stěnami a mezi atomy samotnými. Této problematice se věnuje obsáhlá teorie atomárních svazků [29], která je v dalším textu okrajově přiblížená.

Atomy mohou z atomárního zdroje vylétat efuzním nebo aerodynamickým tokem. Pokud uvažujeme výstupní aperturu zdroje o průměru $d$ a zanedbatelné délce $l$, tak pro efuzní tok musí být dodržena podmínka [30]

$$d \ll \lambda, \tag{1.4}$$

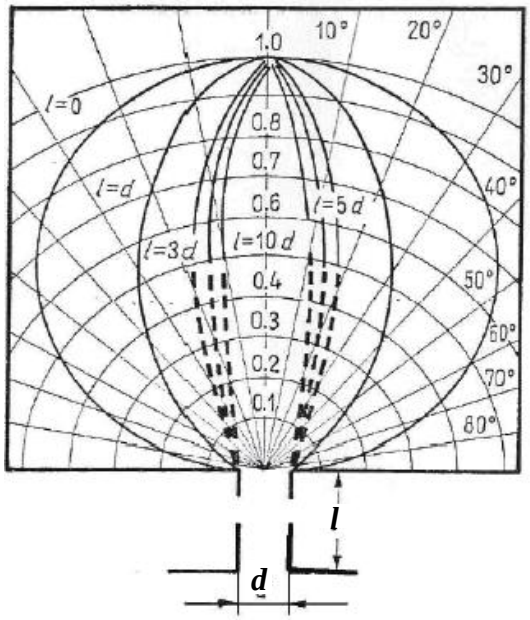
kde $\lambda$ je střední volná dráha částic daná rovnicí (1.1).

Počet atomů $N$ opouštějících atomární zdroj zanedbatelné délky lze vyjádřit vztahem

$$N = \frac{1}{4} X n \bar{v} A_S \,, \tag{1.5}$$

kde $X$ je parametr určující stupeň disociace, $n$ je koncentrace atomů, $A_S$ je plocha výstupní otvoru a $\bar{v}$ střední rychlost atomů [2].

Efuze svazku z reálného zdroje s výstupní trubicí o délce $l$ a vnitřním průměru $d$ je daná kosinovou distribuční funkcí (obr. 1.15).




**Obr. 1.15:** Kosinová distribuční funkce atomárního svazku. Převzato a upraveno z [31].

Prodloužením tzv. kolimační trubice (kolimátoru) se tedy šířka svazku vystupujícího z efuzní cely zužuje, musí při tom ale být zachovaná podmínka pro kolimátor:

$$l \leq \lambda. \tag{1.6}$$

Rozložení intenzity atomárního svazku v závislosti na prostorovém úhlu je dáno vztahem:

$$\theta_{1/2} = \frac{0{,}84 \cdot d}{l}, \tag{1.7}$$

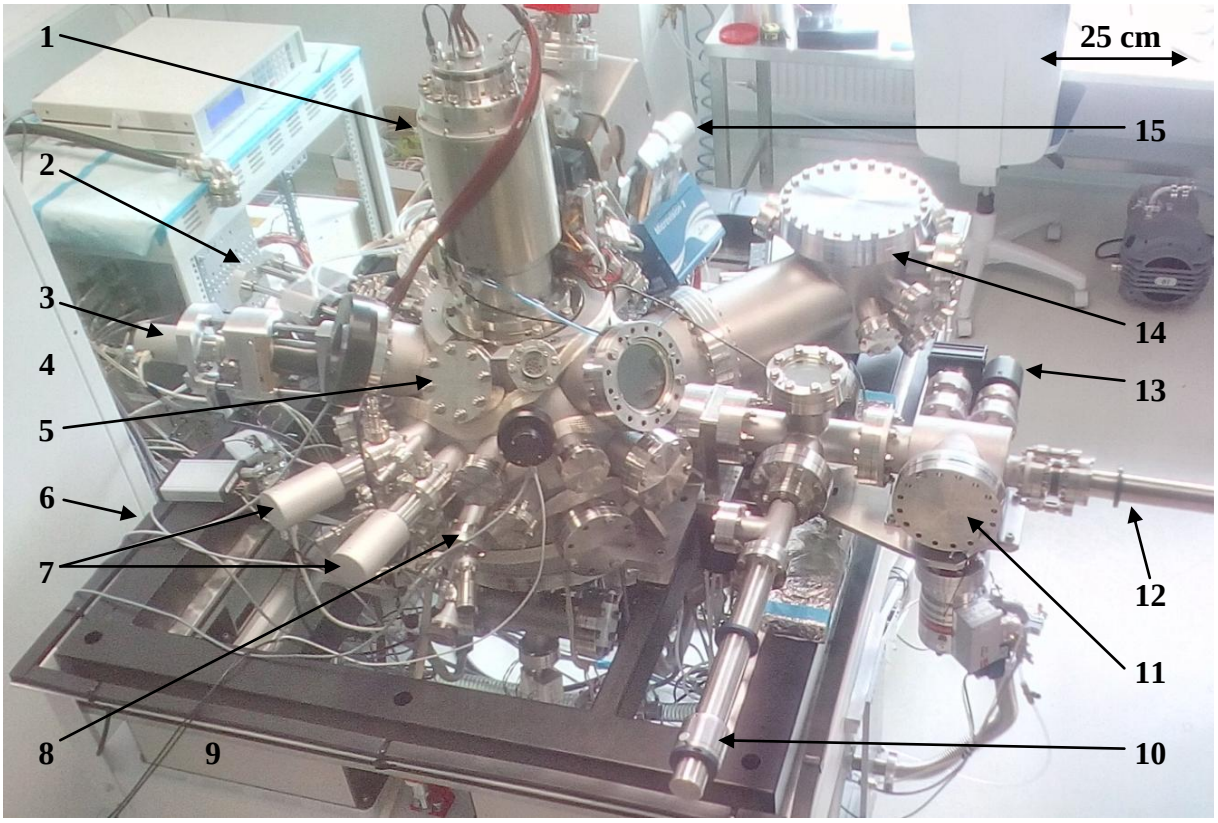
kde $\theta_{1/2}$ je úhel, který určuje místo, kde je intenzita atomárního svazku rovna polovině maximální intenzity [2]. Tento vztah je důležitý při návrhu kolimátoru, protože v praxi je snaha o dosažení co nejužšího atomárního svazku a snížit tak množství atomů, které při depozici netrefí vzorek, ale skončí na stěnách komory, objektivu či okolním zařízení.

## 1.6 Popis zařízení UHV SEM

Prototyp zařízení UHV SEM (obr. 1.16) vyvíjený společností TESCAN Brno, s.r.o., ve spolupráci s Ústavem fyzikálního inženýrství a Ústavem přístrojové techniky AV ČR, v.v.i., představuje jedinečnou platformu spojení rastrovacího elektronového mikroskopu a rastrovacího sondového mikroskopu (Scanning Probe Microscope – SPM) v UHV podmínkách. Zařízení umožňuje mimo jiné vytváření tenkých vrstev pomocí depozice z efuzní cely. Po adaptaci částí zařízení UHV SEM uvedené v následujícím textu této práce bude možné růst tenkých vrstev pozorovat a charakterizovat v reálném čase.

Hlavní analytická komora tvaru polokoule je osazena na mohutném rámu nosného stolu, který je opatřen aktivním tlumením pro snížení přenosu vibrací z podlahy. Analytická komora má množství přírub typu CF různých velikostí, na které jsou montovány SE detektory, motorizovaný BSE detektor, vývěvy, měrky (Penningova), efuzní cely a jiné příslušenství nebo části zařízení (preparační komora). Analytická komora je čerpaná iontovou, turbomolekulární a titanovou sublimační vývěvou.

Ke spodní přírubě analytické komory je přimontován manipulátor, zatímco na vrchní přírubě je osazen UHV elektronový tubus se Schottkyho katodou. Elektronový tubus je vybaven tubusovým detektorem zpětně odražených elektronů (In-Beam BSE). K zakládání vzorků do komory slouží dlouhá magnetická tyč. Kratší magnetická tyč nese zásobník vzorků, který je blíže popsán v bakalářské práci Bc. Tomáše Axmana [32]. Magnetické tyče jsou umístěny v zakládací komoře. Součástí zařízení je také skříň s řídící elektronikou vývěv, měrek, tlumení a tubusu.

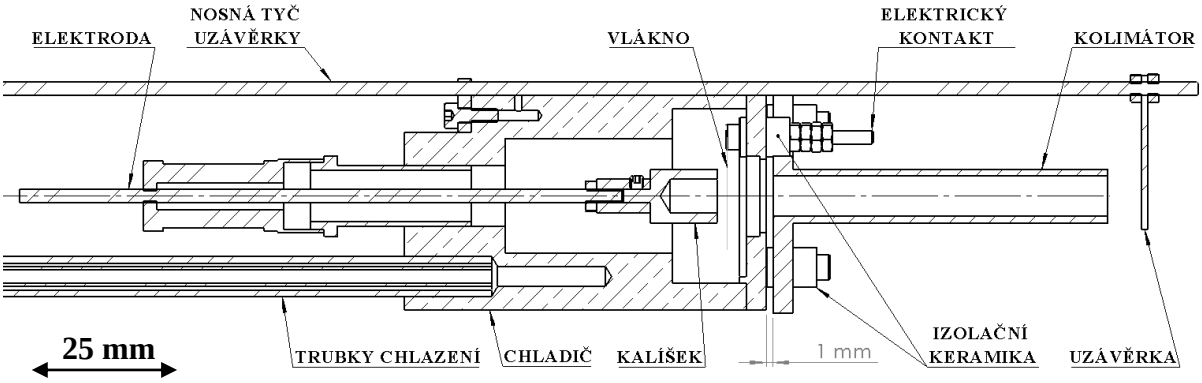



**Obr. 1.16:** Fotografie zařízení UHV SEM. 1) elektronový tubus, 2) clona objektivu, 3) BSE detektor, 4) skříň s elektronikou, 5) analytická komora, 6) rám stolu, 7) SE detektory, 8) efuzní cela, 9) aktivní tlumení, 10) tyč se zásobníkem vzorků, 11) zakládací komora, 12) zakládací tyč), 13) měrka tlaku, 14) preparační komora, 15) In-Beam BSE detektor.

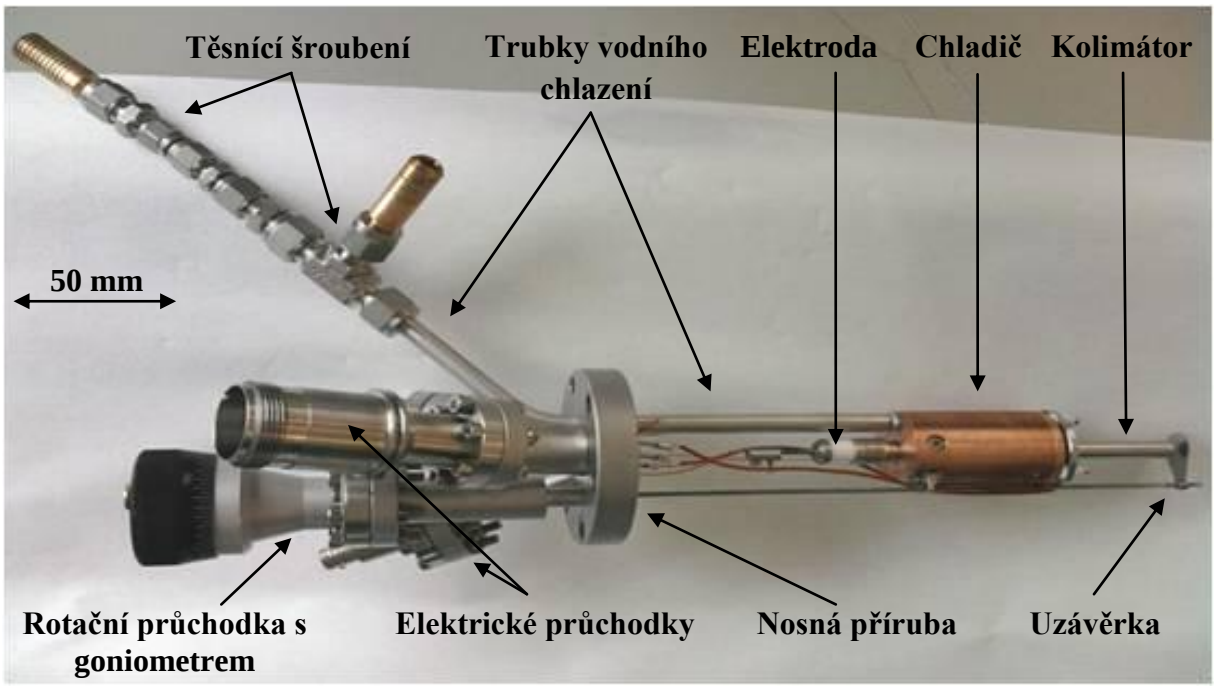
# 2 Adaptace efuzní cely

V současnosti je pro depozici stříbra v aparatuře UHV SEM používaná efuzní cela zkonstruována v rámci bakalářské práce Bc. Ondřeje Křápka pod vedením Ing. Jindřicha Macha, Ph.D., a úplný popis efuzní cely je obsažen v jeho bakalářské práci [33].

Efuzní cela je tvořena válcovým chladičem, ve kterém je umístěn molybdenový kalíšek (obr. 2.1-a) obsahující materiál určený k depozici, tzv. vsádku. Kalíšek (anoda) je napájen kladnou elektrodou a ohříván bombardem elektronů z wolframového vlákna (katoda). Vsádka sublimuje a po otevření uzávěrky opouští neutrální atomy vsádky efuzní celu přes kolimátor. Do chladiče jsou vakuově pájeny koaxiální nerezové trubky, které slouží k vodnímu chlazení. Vnější trubka je zároveň nosným prvkem cely, protože je přivařena k nosné přírubě. K přírubě jsou přivařeny také hrdla pro montáž elektrických průchodek (obr. 2.1-b). Rotační průchodka s goniometrem ovládá uzávěrku efuzní cely.




a)

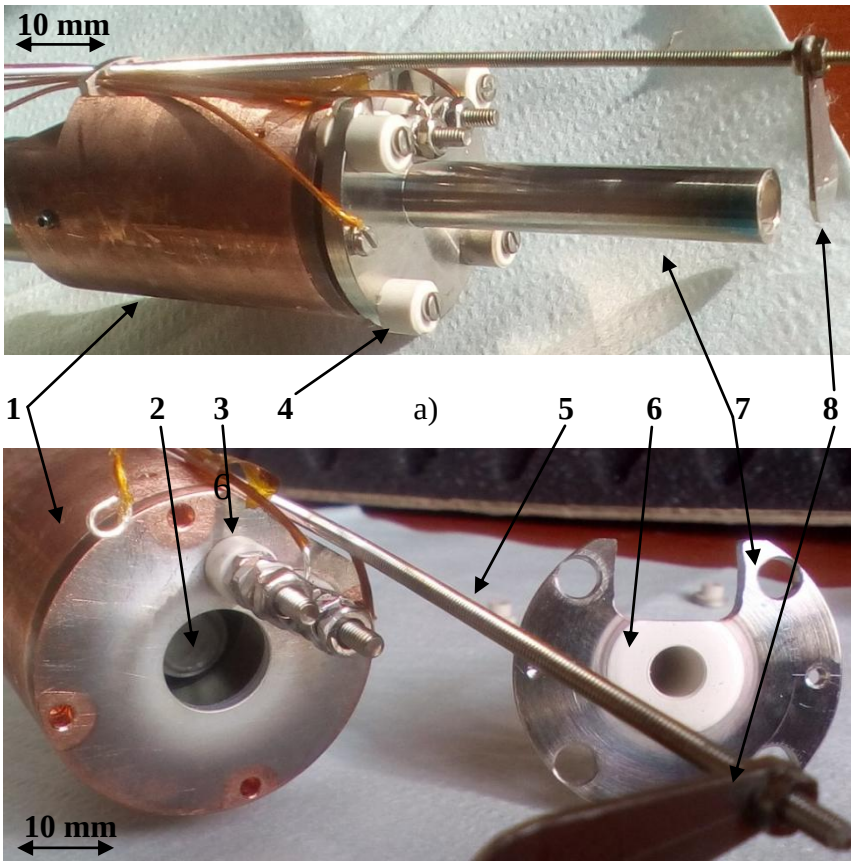



b)

**Obr. 2.1:** Řez modelem (a) a fotografie (b) efuzní cely pro depozici stříbra.

Výše popsaná efuzní cela pro tvorbu ultratenkých vrstev stříbra je jako celek plně funkční, avšak nebyla nevržena pro in situ depozici a pozorování pomocí SEM. Kolimátor je od těla měděného chladiče elektricky odizolován pomocí keramických pouzder (kloboučků a válečků). Tím vzniká mezi chladičem a kolimátorem milimetrová mezera (obr. 2.1-a), kterou unikají do komory fotony, elektrony a atomy deponovaného materiálu. Fotony a elektrony vznikají žhavením wolframového vlákna a jsou v komoře nežádoucí. Rušivý tok fotonů a elektronů ovlivňuje funkci SE detektoru a degraduje jeho signál (zvyšuje šum na pozadí). Atomy deponovaného materiálu unikají z cely mezerou a zhoršují kvalitu vakua v komoře. Dále mohou atomy deponovaného materiálu způsobit naprášení elektricky vodivé vrstvy (obr. 2.2-b) na izolační válečky oddělující chladič od elektrických kontaktů wolframové katody, což by mělo za následek elektrický zkrat (obr. 2.1-a).

Vedlejší motivace pro úpravu efuzní cely je nedefinovaná poloha její uzávěrky, která se otáčí kolem vlastní osy (obr. 2.2-a). Uzávěrka je maticemi uchycena k závitové tyči, která je kvůli své velké délce a malému průměru labilní a lehce ohýbatelná. Efuzní cela je navržena pro depozice ze vzdálenosti 100 mm od vzorku. Aparatura UHV SEM má geometrické uspořádání komory navržené pro depozice ze vzdálenosti 150 mm, proto byly upraveny také rozměry kolimátoru.



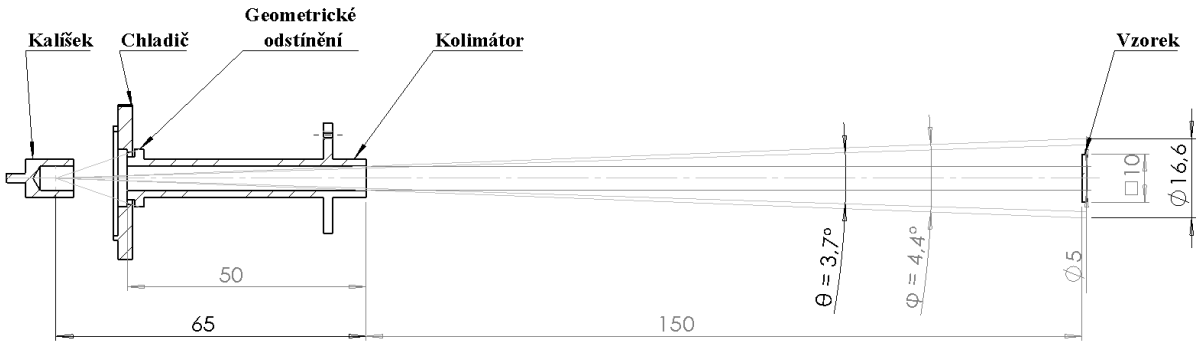

b)

**Obr. 2.2:** Fotografie přední části efuzní cely (a) a odmontovaného kolimátoru (b). 1) chladič, 2) kalíšek, 3) izolační váleček elektrického kontaktu, 4) izolační váleček kolimátoru, 5) závitová tyč uzávěrky, 6) naprášené stříbro, 7) kolimátor, 8) uzávěrka.

Z výše uvedených důvodů vznikl požadavek na úpravu efuzní cely a její adaptaci pro potřeby in situ depozice a pozorování pomocí SEM. Byl vypracován konstrukční návrh a technická dokumentace, podle které byl vyroben nový kolimátor, kryt a uzávěrka efuzní cely.

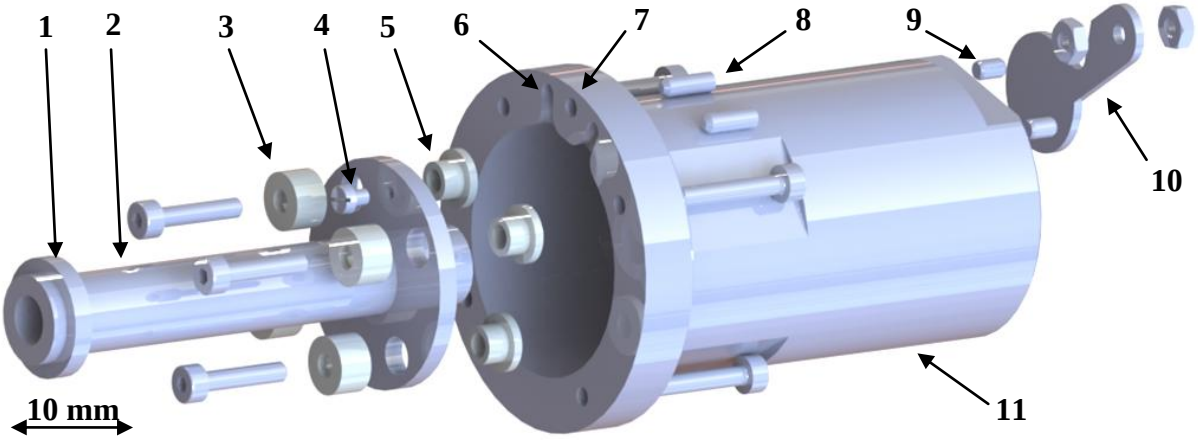
## 2.1 Kolimátor

Původní kolimátor má délku $l = 50$ mm a vnitřní průměr $d = 6$ mm a byl navržen pro depozici materiálu ze vzdálenosti cca 100 mm od vzorku o rozměrech $10 \times 10$ mm$^2$ [33]. Nový nerezový kolimátor byl navržen s délkou $l = 50$ mm a vnitřním průměrem $d = 5$ mm, přičemž materiál v kalíšku je umístěn zhruba 65 mm od čela kolimátoru (obr. 2.3). Z geometrie vyplývá, že úhel rozptylu svazku vycházejícího z kolimátoru je $\varphi \approx 4{,}4°$ a dle vztahu (1.7) je úhel poloviční intenzity svazku $\theta_{1/2} \approx 3{,}7°$ (obr. 2.3). Depozice bude probíhat ze vzdálenosti kolem 150 mm od vzorku o rozměrech $10 \times 10$ mm$^2$. Pro depoziční vzdálenost 150 mm byl vnitřní průměr kolimátoru zmenšen na 5 mm, zatímco jeho délka zůstala stejná kvůli podmínce (1.6). V této depoziční vzdálenosti má svazek teoretický průměr 16,6 mm a přesahuje rozměry vzorku. Proto je zachytáván clonou, která je předmětem další kapitoly této práce.




**Obr. 2.3:** Geometrické uspořádání depozice (délkové rozměry jsou v milimetrech).

Na kolimátoru je vysoustruženo geometrické odstínění (obr. 2.3obr. 2.4), které zamezuje atomům vnikat do vnitřní části krytu. Do příruby kolimátoru je vyvrtaná závitová díra osazena šroubem pro uchycení kabelu určeného k měření toku částic. Tok částic vystupujících ze zdroje lze měřit pomocí iontů, které vznikají spolu s atomy deponovaného materiálu. Proud iontů je úměrný toku neutrálních atomů.

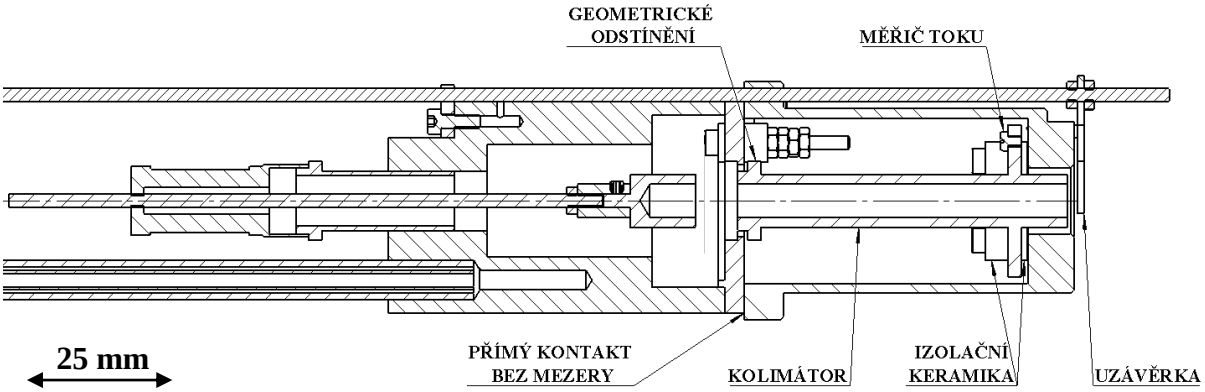



**Obr. 2.4**: Rozložený model nových součástí efuzní cely. 1) geometrické odstínění, 2) kolimátor, 3) keramický váleček, 4) měřič toku, 5) keramický klobouček, 6) drážka pro kabeláž, 7) díra pro závitovou tyč, 8) stavěcí šroub, 9) kolík, 10)uzávěrka, 11) kryt.

## 2.2 Kryt a uzávěrka

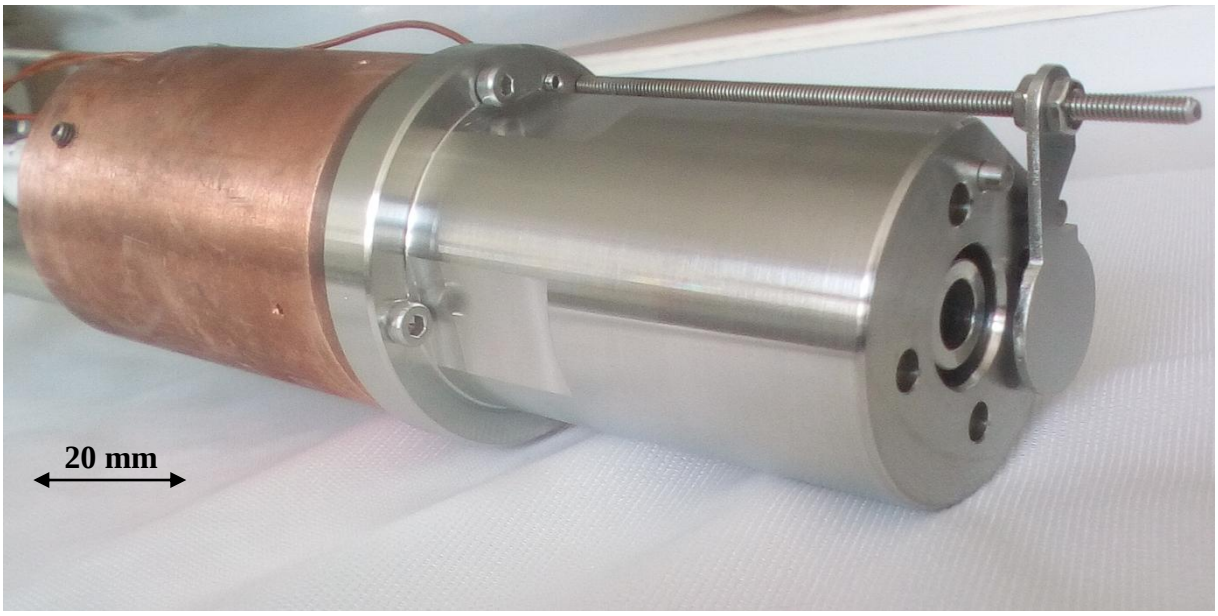
Nový konstrukční návrh odstraňuje mezeru mezi chladičem a kolimátorem tak, že je kolimátor přišroubován přes izolační keramické válečky a kloboučky k vnitřnímu čelu nerezového krytu. Kryt je přišroubován přímo na chladič (obr. 2.5) a tím je zabráněno úniku fotonů, elektronů a atomů z efuzní cely. Ze strany chladiče jsou do příruby krytu vyfrézované dvě drážky pro vyvedení kabeláže pro měření toku částic a napájení katody. V drážkách jsou závitové díry pro uchycení kabeláže stavěcími šrouby (obr. 2.4).

Tvar nerezové uzávěrky byl optimalizován a do čela krytu byly přidány dorazové kolíky pro přesně definované polohy otevřeno/zavřeno. Nosná tyč uzávěrky prochází dírou v krytu, a to za účelem dosažení přesnějšího vedení a polohování uzávěrky (obr. 2.4).




**Obr. 2.5:** Řez modelem adaptované efuzní cely.

Navržené díly byly vyrobeny a namontovány na efuzní celu (obr. 2.6). Takto modifikovaná efuzní cela umožňuje depozici na vzorek umístěný přímo v pracovním bodě SEM 9 mm pod objektivem. Negativní ovlivnění signálu SE detektoru při provozu efuzní cely bylo minimalizováno, což umožňuje in situ pozorování růstu tenkých vrstev prostřednictvím SEM.

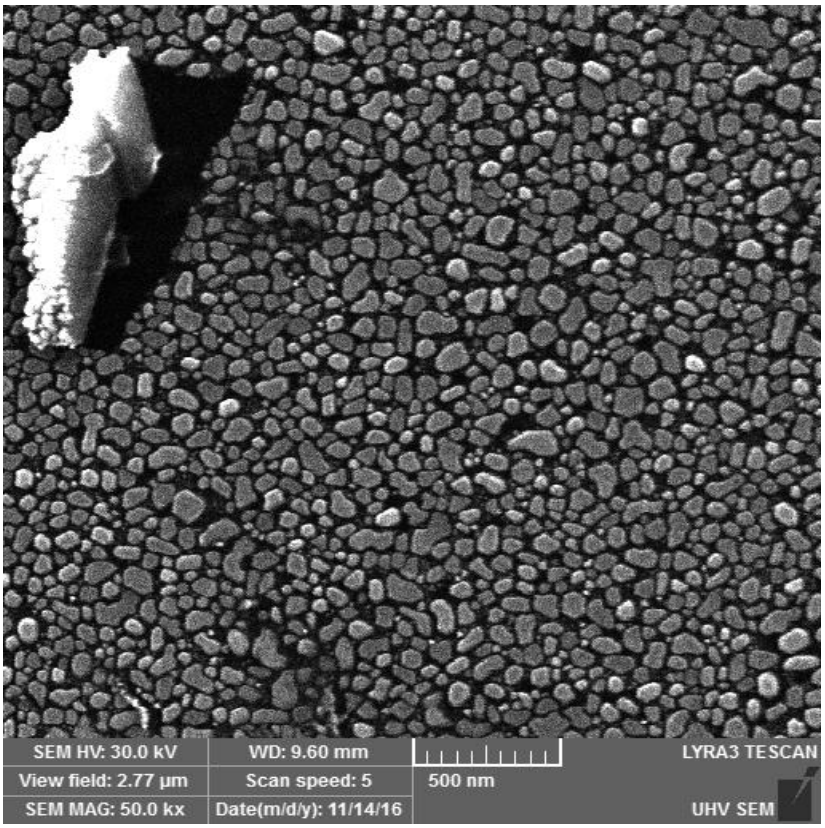



**Obr. 2.6:** Fotografie přední části adaptované efuzní cely.

# 3 Clona objektivu

Při růstu ultratenkých vrstev depozicí z efuzní cely je někdy vzorek zahříván na teploty 400 °C až 700 °C, navíc při žíhání vzorku[3] teploty dosahují až 1200 °C. Zahřívání vzorku napomáhá tvorbě nanostruktur, protože se zvyšující se teplotou vzorku roste rychlost růstu a zlepšuje se difuze částic deponovaného materiálu. Ze zahřátého vzorku se teplo šíří radiací na objektiv SEM a okolní zařízení, což má negativní dopady na jejich životnost i funkci. Z důvodu ochrany objektivu SEM a dalších zařízení byly teplota a dobra ohřevu vzorku značně omezeny. Žíhání vzorku bylo možné provádět pouze mimo pracovní bod objektivu SEM, ve větší vzdálenosti, tudíž nebylo možné pozorovat procesy v reálném čase. Dále dochází ze zahřátého vzorku k desorpci částic, které se mohou dostat dovnitř objektivu a následně adsorbovat na povrchu citlivých částí. Obdobný nežádoucí vliv nastává při depozici materiálu z atomárního zdroje na vzorek umístěného přímo pod nechráněným objektivem, kdy opět dochází k naprašování materiálu na objektiv SEM, do jeho vnitřku a na další zařízení.

Clona objektivu by umožnila snazší vývoj a samotnou tvorbu rozlišovacích vzorků pro určování rozlišení SEM. Při výrobě rozlišovacích vzorků byla provedena depozice stříbra z efuzní cely na křemíkový substrát. Během depozice byl substrát zahříván na teplotu asi 400 °C a byly na něm postupně formovány ostrůvky stříbra (obr. 3.1). Růst ostrůvků stříbra nebylo z výše uvedených důvodů možné pozorovat v reálném čase, což by umožnilo lépe kontrolovat velikost ostrůvků, tedy jemnost rozlišovacího vzorku.




**Obr. 3.1:** Ostrůvky stříbra deponovaného na křemík a zahřátého na 400 °C.

[3] Žíháním vzorku je jeho povrch čištěn od oxidů a nitridace. Provádí se v krátkých intervalech (~ 1 s) po dobu asi 30 s [39].

Pro určité aplikace je při tvorbě ultratenkých vrstev a nanostruktur naopak žádoucí vzorek ochladit na kryogenní teploty (< 100 K). Například růst optických metamateriálů, jakými jsou nanodráty stříbra a mědi, je mnohem účinnější při kryogenních teplotách [34]. Chlazení vzorku snižuje mobilitu částic a redukuje driftování částic po povrchu. Chlazení vzorku je stěžováno a prodlužováno tepelnou radiací z objektivu SEM a všech ostatních povrchů, které „vidí“ přímo na chlazený vzorek.

Navržená clona objektivu, popsaná v textu níže, eliminuje výše zmíněné nežádoucí děje při depozici a ohřevu. Umožňuje tak provádět tyto procesy v pracovním bodě objektivu SEM a tím jejich in situ pozorování, popřípadě analýzu.

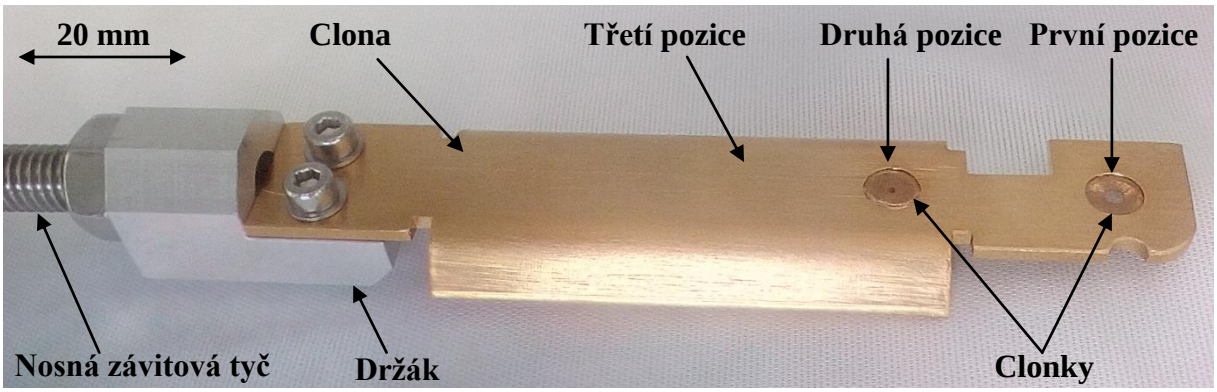
## 3.1 Konstrukční návrh funkčního vzorku

Všechny obrázky 3D modelů a 2D pohledů i výkresová dokumentace v samostatné příloze byly vytvořeny v programu SolidWorks.

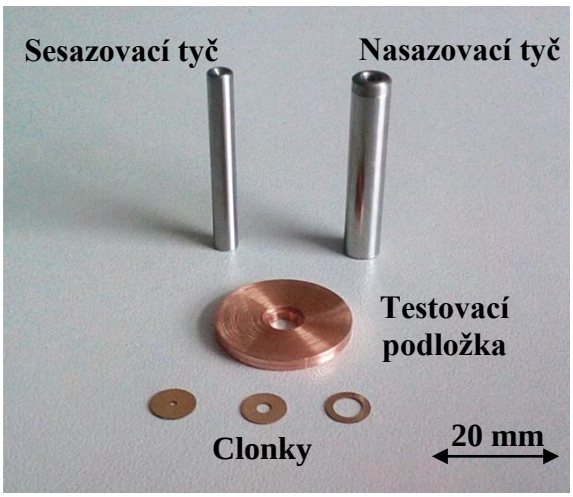
Konstrukční návrh funkčního vzorku clony objektivu vychází ze zástavbového prostoru zařízení UHV SEM. Při návrhu clony bylo nutné vzít v úvahu přítomnost zařízení využívající fokusovaný iontový svazek (Focused Ion Beam – FIB) [35] a přístroje pro Augerovu elektronovou spektroskopii (Auger Electron Spectroscopy – AES) [36], které mohou být osazeny na zařízení UHV SEM. Tyto přístroje jsou umístěny v bezprostředním okolí objektivu SEM a jsou fokusovány do pracovního bodu ležícího v 9 mm pod objektivem.

Byl navržen a vyroben clonící plech (clona) objektivu, který se šroubuje k duralovému držáku se závitovou dírou pro zašroubování nerezové závitové tyče M8 (obr. 3.2). Clona je z měděného plechu tloušťky 1,5 mm a kvůli kryogenním teplotám na vzorku byla povrchově upravena galvanicky nanesenou vrstvou stříbra (2 $\mu$m) a zlata (3 $\mu$m). Galvanické postříbření a pozlacení povrchu zvyšuje jeho reflexivitu, čímž clona lépe odráží tepelné záření.

Clona má tři funkční pozice. Dvě pozice jsou dané dírami se zahloubením, do kterých jsou nasazovány clonky. Ve třetí pozici je objektiv a vzorek při zahřívání nebo chlazení vzorku maximálně zastíněn. Clonky jsou z beryliové mědi a pro volbu jejich uložení v zahloubeních clony byla vyrobená měděná testovací podložka. Laserem byly vypáleny sady clonek s průměrem otvoru 0,8 mm, 2 mm, 4 mm a vnějším průměrem 6,00 mm, 6,03 mm, 6,05 mm. Dále byly vyrobeny nerezové přípravky (tyče) pro nasazení a sesazení clonek. Clonky s průměrem otvoru 4 mm nebyly použity z důvodu malé clonící plochy. Po provedení zkoušky volby uložení (obr. 3.3) byly clonky s vnějším průměrem 6,05 mm vyřazeny z dalšího používání z důvodu nefunkčního přesahu.

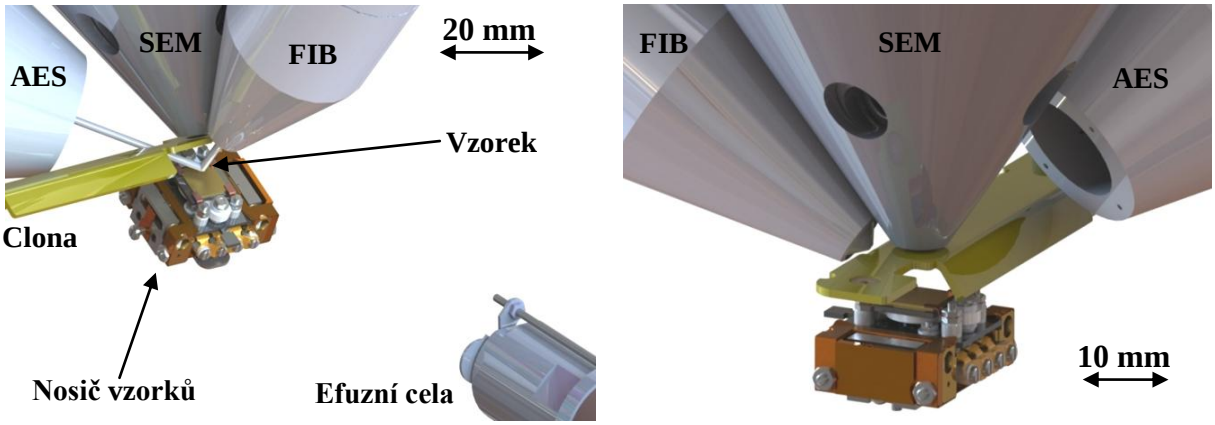



**Obr. 3.2:** Fotografie smontované clony objektivu.




**Obr. 3.3:** Fotografie přípravků pro volbu uložení a montáž clonek.

První pozice clony je osazena clonkou s dírou o průměru 2 mm a má výřezy umožňující použití technik FIB a AES. V druhé pozici je nasazena clonka s dírou o průměru 0,8 mm. Clona (obr. 3.2) má od druhé pozice zahnuté okraje směrem dolů, čímž se zvyšuje stínicí plocha clony. Třetí pozice je dána maximálním zasunutím lineárního posuvu (vysvětleno v dalším textu) a je za druhou pozicí. První pozice může sloužit například k in situ pozorování vzniku ultratenkých vrstev a nanostruktur depozicí z efuzní cely (obr. 3.4-a). První pozice poskytuje nejmenší ochranu a umožňuje použití všech pozorovacích technik (SEM, FIB, AES). Příkladem využití druhé pozice je pozorování žíhání vzorku v reálném čase prostřednictvím SEM (obr. 3.4-b). V druhé pozici jsou FIB a AES zastíněny a ochrana objektivu SEM je účinnější. Třetí pozice je učena především pro chránění vzorku před tepelnou radiací z okolí, při chlazení vzorku na kryogenní teploty.




a) b)

**Obr. 3.4:** Model clony objektivu v první (a) a druhé (b) pozici.

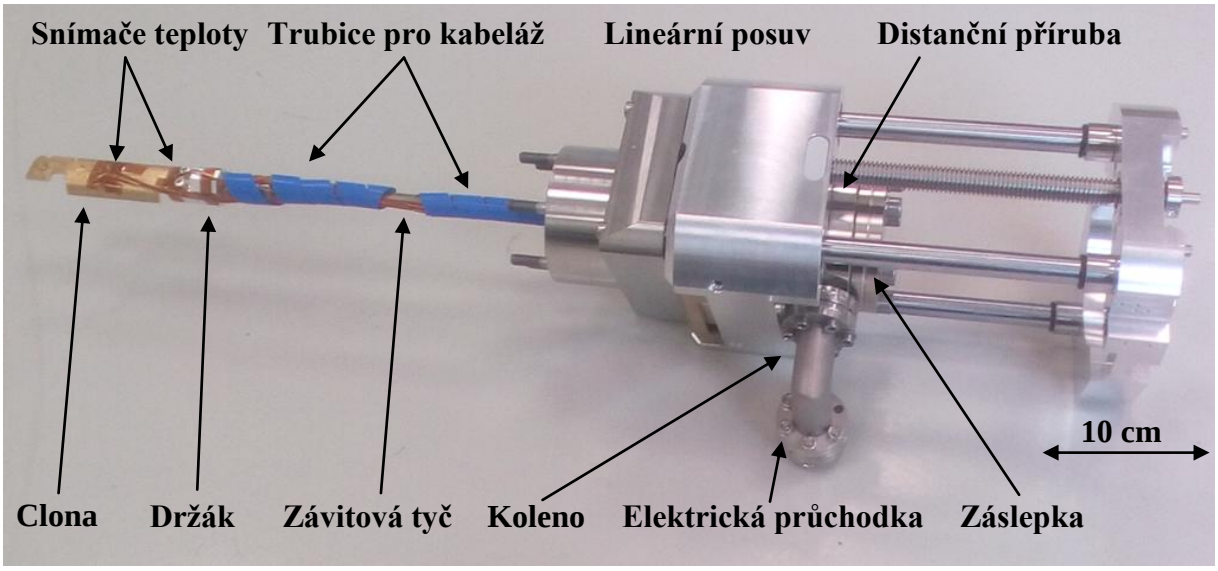
Druhý konec závitové tyče M8 je zašroubován do závitové díry v zaslepovací přírubě (záslepka) DN40CF[4]. Záslepka je přišroubována k distanční přírubě s průchozím portem DN16CF, ke kterému se šroubuje 90° koleno s UHV elektrickou průchodkou. Průchodka má celkem dvanáct pinů a slouží pro vyvedení elektrických vodičů odporových snímačů teploty (PT1000) z UHV na vzduch.

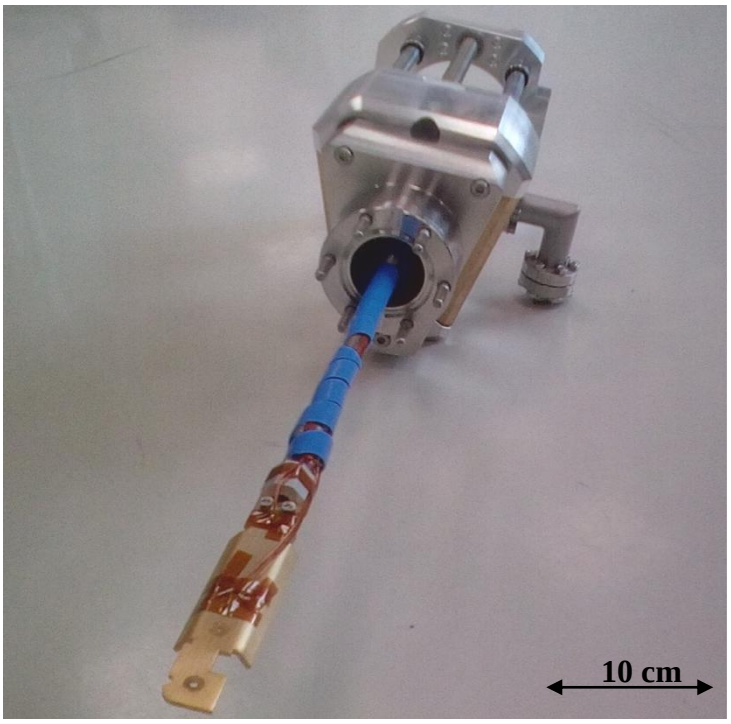
[4] Nominální průměr přírub je v zemích s metrickou soustavou jednotek označován DN (Diamètre Nominal).

Dva snímače teploty jsou páskou přilepeny k cloně. Pro zlepšení tepelného kontaktu mezi snímači a clonou jsou snímače zespodu natřeny stříbrnou pastou. Měření odporu na snímačích je čtyřbodové a z každého snímače vedou čtyři vodiče. Kabeláž je organizovaná trubicemi pro vedení vodičů, které jsou navinuté podél závitové tyče (obr. 3.5). Vodiče jsou na vzduchové části ukončeny koncovkami, které se zapájejí do zařízení pro snímání teploty.

Distanční příruba je přišroubována k přírubě lineárního posuvu. Mechanika lineárního posuvu umožňuje pomocí membránového vlnovce pohyb v axiálním směru v rozsahu 112 mm a v radiálním směru $\pm 4$ mm. Pohyb v radiálním směru slouží pro seřízení clony pod objektivem SEM.

Funkční vzorek clony objektivu (obr. 3.5) byl vyroben z vývojových důvodů. Slouží hlavně pro provedení experimentů se zahříváním vzorku a měřením teploty na cloně.




**Obr. 3.5:** Fotografie sestaveného funkčního vzorku clony objektivu.

## 3.2 Experimentální měření

Pro ověření funkčnosti funkčního vzorku clony objektivu bylo provedeno experimentální měření teplot. Měření sloužilo také k získání dat potřebných k optimalizaci konstrukčního návrhu prototypu clony objektivu. Vzorek byl zahříván ohřívačem a teplota clony i objektivu byla měřena snímači teploty. Ohřívač je součástí nosiče vzorků, který je také popsán v bakalářské práci Bc. Tomáše Axmana [32].

Intenzitu záření z ohřívače udává Stefanův-Boltzmannův zákon [37]:

$$I = \sigma T^4, \tag{3.1}$$

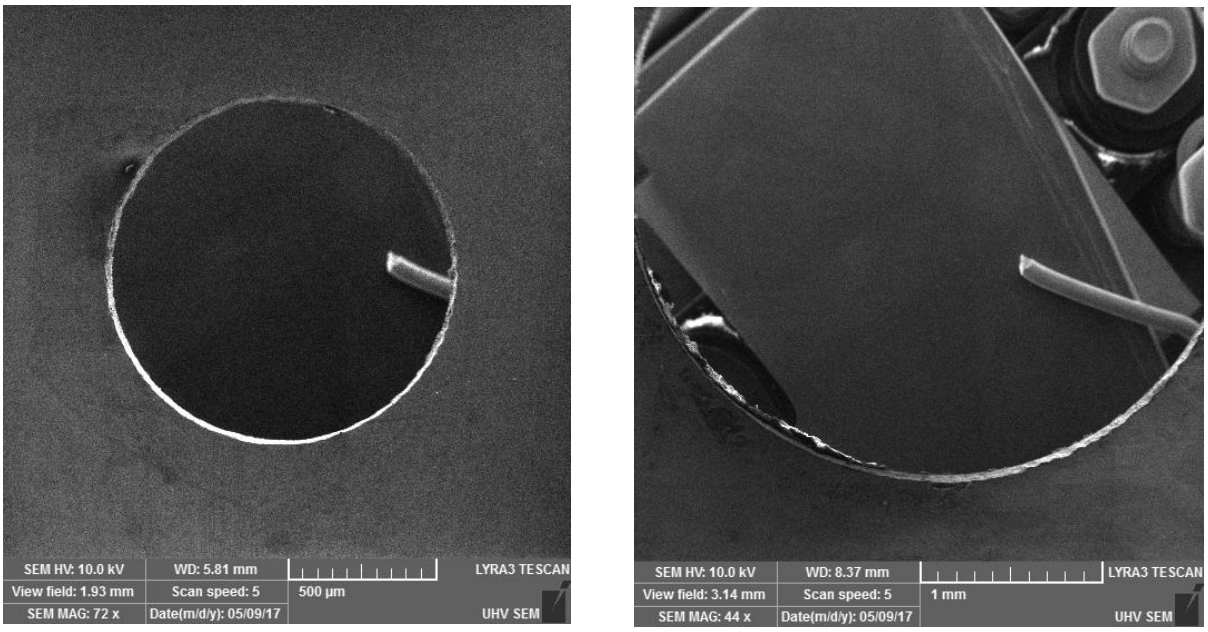
kde $\sigma$ je Stefanova-Boltzmannova konstanta a $T$ je termodynamická teplota ohřívače. Teplo je z ohřívače vyzařováno do celého prostoru a intenzita záření je podle zákonu převrácených čtverců [37] nepřímo úměrná druhé mocnině vzdálenosti od zdroje $r$, tedy

$$I \propto \frac{1}{r^2}. \tag{3.2}$$

Z hlediska ověření funkčnosti clony jako tepelného štítu byly provedeny dvě sady měření. V první sadě byl měřen nárůst teploty na objektivu v závislosti na pracovní pozici clony. Druhá sada měření sledovala zvyšování teploty na cloně v závislosti na pracovní vzdálenosti (WD – Working Distance) od objektivu SEM. Před samotným měřením byl optimalizován měřicí protokol.

### 3.2.1 Optimalizace měřicího protokolu

Po osazení clony objektivu na komoru musí být pomocí lineárního posuvu seřízena poloha clonek. Seřizování clonek probíhá současně s pozorováním SEM. Prvně je vycentrována poloha první clonky.(obr. 3.6-a). Poloha druhé clonky (obr. 3.6) je pak už daná a clona je seřízena s objektivem.



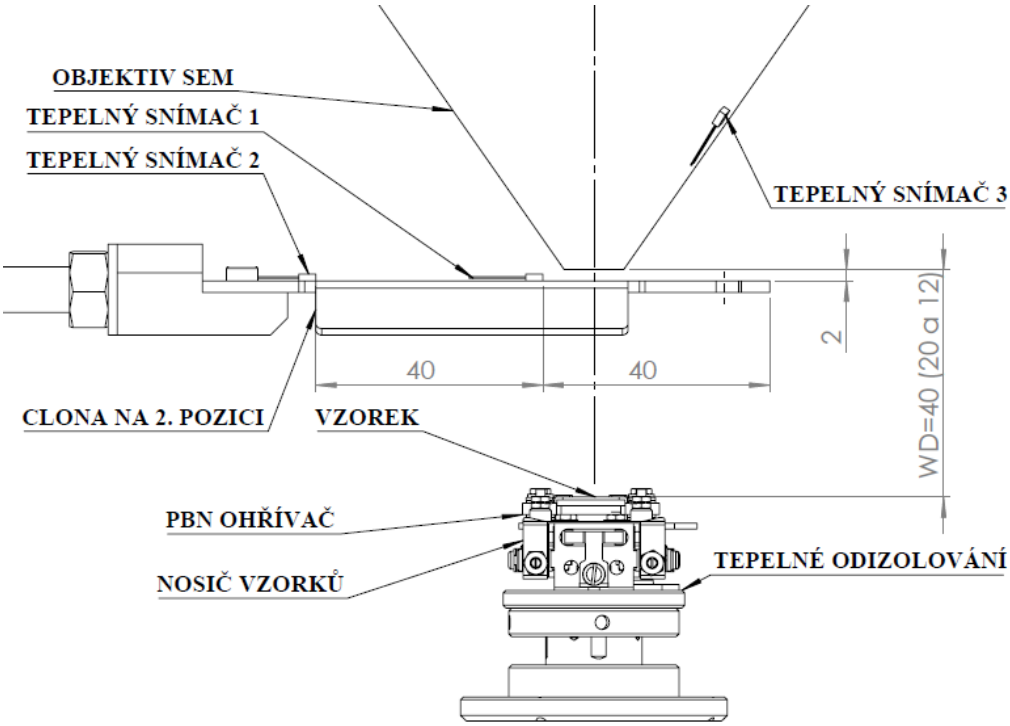

a) b)

**Obr. 3.6:** SEM snímek clonky na první (a) a druhé (b) pozici.

Během ohřívaní vzorku musí být kontrolován tlak v komoře. Tlak vyšší než řádově $10^{-4}$ Pa může mít za následek pokrytí ohřívače vrstvou zoxidovaných částic. Během zahřívaní na vysoké teploty dochází k desorpci částic z ohřívaných ploch. Desorbované částice zvyšují tlak v komoře a po překročení daného tlakového limitu je nutné ohřev zastavit nebo snížit výkon ohřívače po dobu potřebnou pro vyčerpání komory na požadovaný tlak.

Ohřívač je tvořen odporovým tělesem z pyrolytického nitridu bóru (PBN), kterým prochází volený elektrický proud $I_z$ a napětí $U_z$ ze zdroje. Výkon ohřívače je dán součinem proudu a napětí ze zdroje $P = U_z \cdot I_z$. Při ohřívání je výkon regulován voleným proudem, přičemž maximální proud nesmí přesáhnout hodnotu $I_z$ = 4 A. Po provedení měření jsou clona i objektiv zahřátý a je potřeba je ochladit. Po každém měření je UHV komora zavzdušněná dusíkem a zahřáté součásti jsou ochlazovány konvekcí tepla.

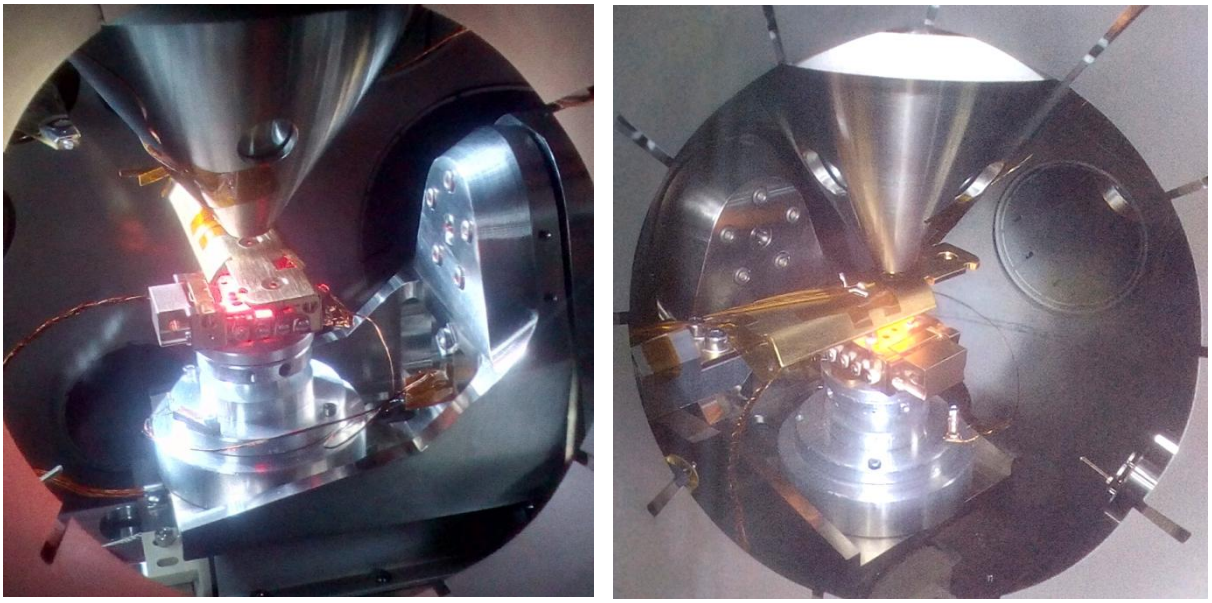
Ohřívač je napájen maximálním proudem 4 A s krokem 0,5 A. Každý krok ohřívání trvá přibližně 10 minut. Tepelnými snímači je zaznamenávána teplota na objektivu a dvou místech clony (obr. 3.7). První snímač je umístěn 40 mm od konce clony a druhý snímač 40 mm od prvního. Clona je umístěna zhruba 2 mm pod objektivem. Vzorek s křemíkovým substrátem je umístěn do WD 40 mm, následně do WD 20 mm a WD 12 mm od objektivu SEM (obr. 3.7). Při měření s konstantní pracovní vzdálenosti se pomocí lineárního posuvu pohybuje clonou pod objektivem. Po přesunu mezi jednotlivými pozicemi clony musí znova proběhnout vycentrování clonek pomocí SEM.




**Obr. 3.7:** Uspořádání sestavy pro měření teplot (délkové rozměry jsou v milimetrech).

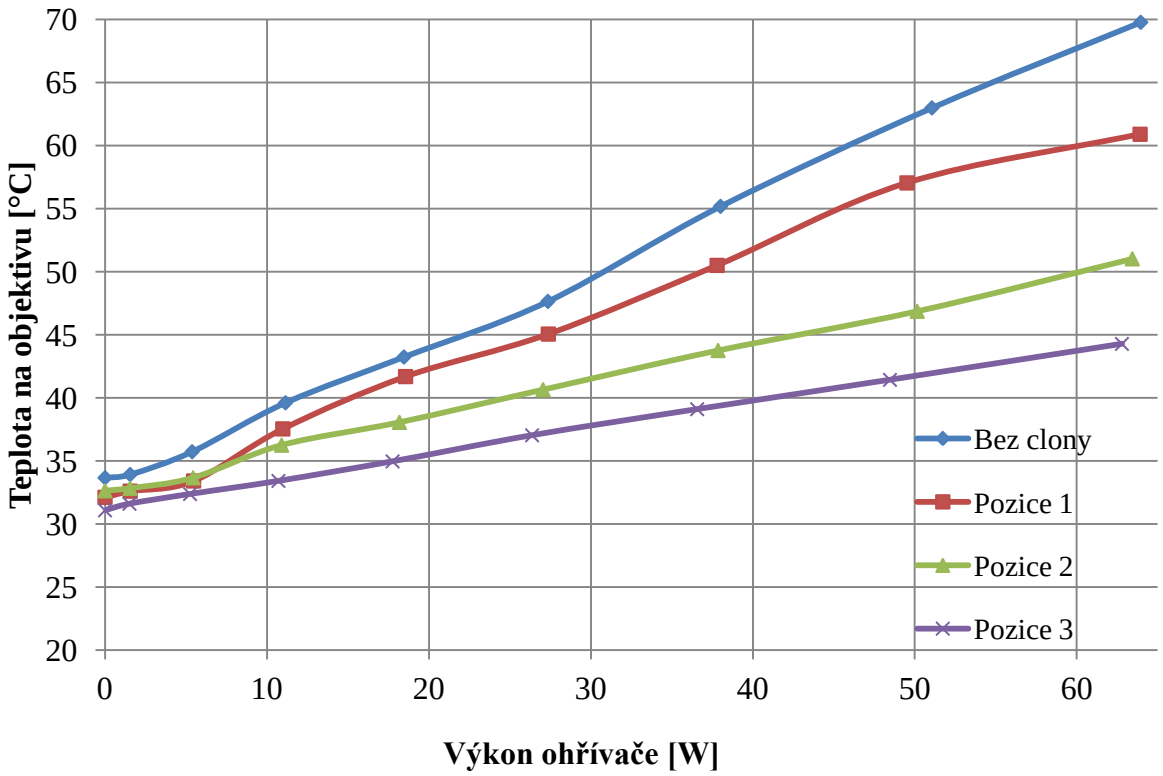
### 3.2.2 První sada měření

V první sadě měření byla pracovní vzdálenost nastavena na 12 mm. Postupně byla měřena teplota na objektivu v závislosti na výkonu ohřívače pro každou ze tří pozic clony (obr. 3.8). Nakonec bylo měření provedeno bez použití clony.



**Obr. 3.8:** Fotografie z experimentálního měření zahřívání clony a objektivu.

Měřením byla ověřena funkčnost clony objektivu z hlediska funkce tepelného štítu. Z grafu 3.1 je zřejmé, že je objektiv prudce zahříván tepelnou radiací z ohřívače.



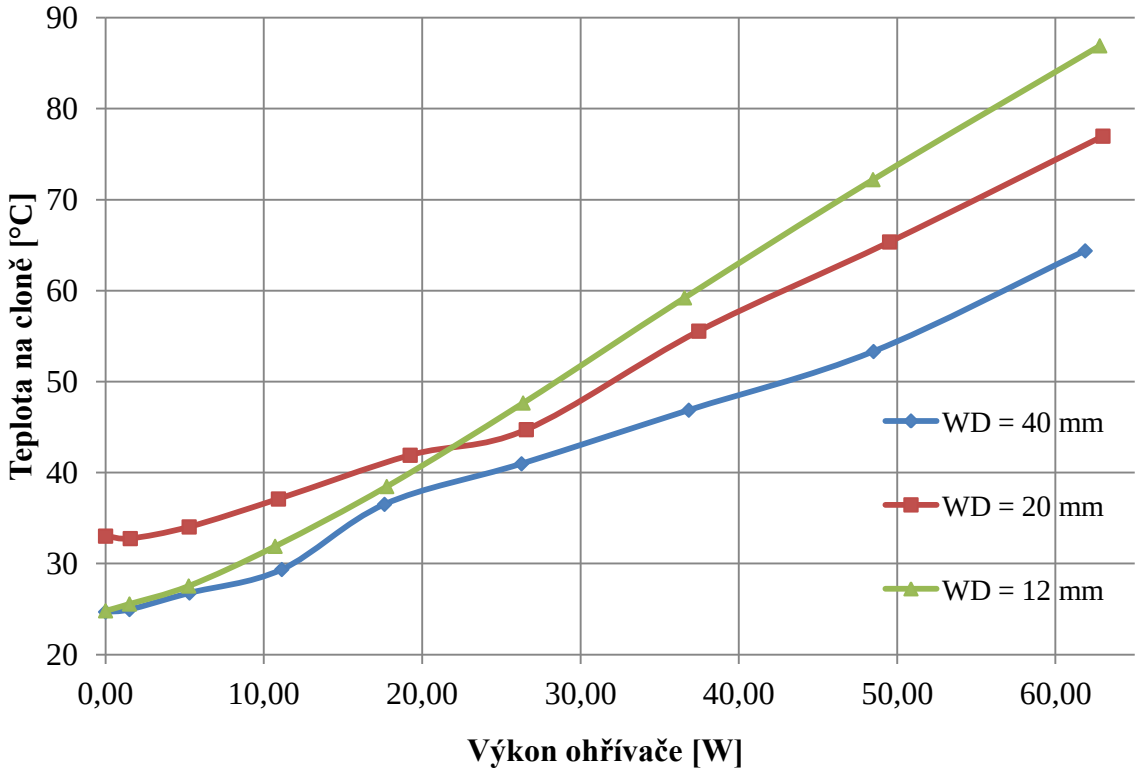

**Graf 3.1:** Křivky teploty objektivu v závislosti na výkonu ohřívače pro tři pozice clony objektivu a nezacloněný objektiv při WD 12 mm.

Z grafu 3.1 je také vidět, jak efektivní jsou jednotlivé pozice clony. Měřením bylo potvrzeno, že třetí pozice clony poskytuje nejlepší ochranu před tepelným zářením z ohřívače. Zahnuté okraje clony na třetí a druhé pozici zachytávají větší část tepelného záření z ohřívače. Naopak na prvé pozici clony je rozdíl teploty na objektivu oproti měření bez clony už menší. Clona má na první pozici výřezy a clonka v ní osazena má průměr díry až 2 mm, což umožňuje tepelnému záření dostat se až na objektiv. Teplota na objektivu by při měření bez clony při delším čase ohřívání stoupala ještě víc.

Z grafu 3.1 lze vyhodnotit, že clona objektivu je funkční a chrání objektiv před tepelným zářením podle předpokladů konstrukčního návrhu.

### 3.2.3 Druhá sada měření

Při druhé sadě měření byla měřena teplota na tepelném snímači 1, umístěném na třetí pracovní pozici clony. Měřením byla zjišťována teplota na cloně v závislosti na výkonu ohřívače pro tři různé pracovní vzdálenosti (graf 3.2).



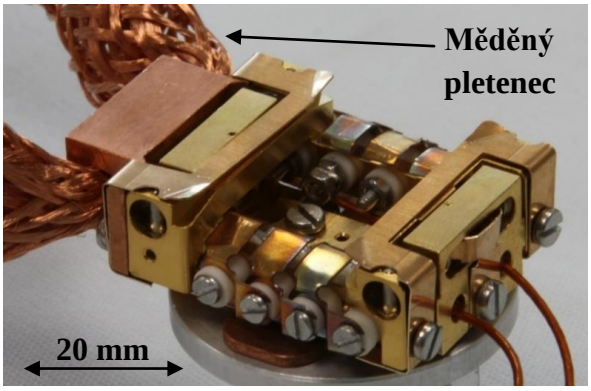

**Graf 3.2:** Křivky teploty clony ve třetí pozici v závislosti na výkonu ohřívače pro tři pracovní vzdálenosti.

Z grafu 3.2 je patrné, že teplota na cloně při stejném výkonu ohřívače roste s pracovní vzdáleností. Při pracovní vzdálenosti WD 12 mm lze pozorovat prudký nárůst teploty na cloně. Prudký nárůst teploty na WD 12 mm oproti WD 40 mm je způsoben zákonem převracených čtverců (3.2).

Graf 3.2 dále ukazuje, že teplota na cloně při WD 12 mm dosahuje poměrně vysokých teplot. Pomocí tohoto měření bylo navrženo chlazení prototypu clony objektivu, které je popsáno v další podkapitole.

## 3.3 Konstrukční návrh prototypu

V konstrukčním návrhu prototypu clony objektivu je použitá stejná pozlacená clona. Hlavní změnou oproti funkčnímu vzorku je zaimplementování chladicího systému clony. K chlazení vzorku je v zařízení UHV SEM použito kapalné helium (LHe) (4,5 K). Z průtokového kryostatu je LHe přepravováno do dvou tepelných výměníků. Z primárního výměníku kryostatu vede měděný pletenec, který je přišroubován k nosiči vzorků (obr. 3.9). Pletenec ze sekundárního výměníku kryostatu lze použít pro chlazení clony. Chlazení vzorku v zařízení UHV SEM lze stejným principem provádět i kapalným dusíkem ($LN_2$) (78 K).

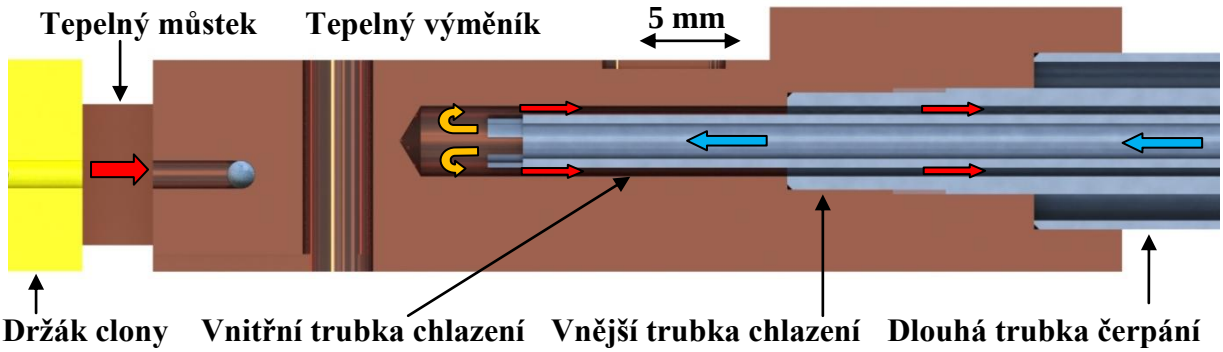



**Obr. 3.9:** Fotografie chlazeného nosiče vzorků.

### 3.3.1 Chladicí systém

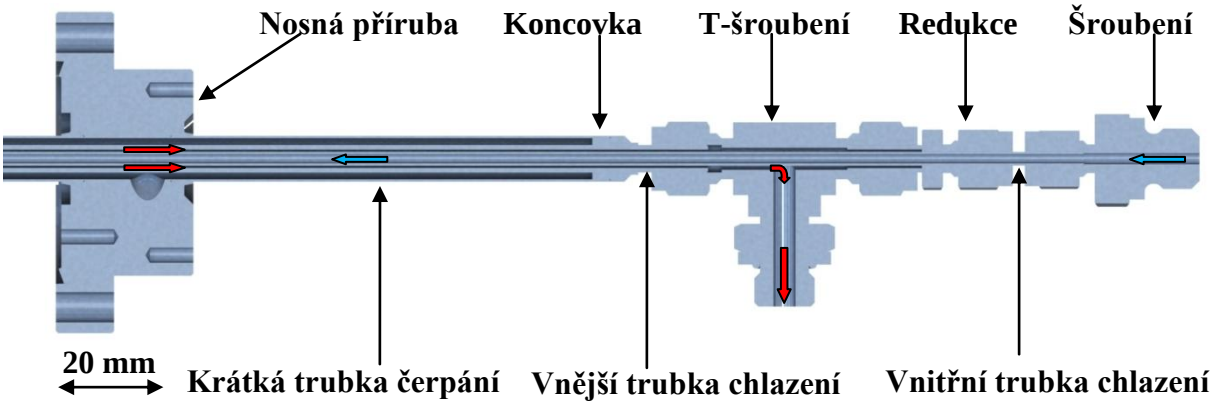
Chlazení prototypu clony objektivu má dvě varianty. První varianta představuje chlazení pomocí LHe/$LN_2$ přes pletenec ze sekundárního výměníku kryostatu. Pletenec je šroubem přichycen k měděnému držáku clony (obr. 3.14). Držák clony je také galvanicky pozlacen.

V druhé variantě je chlazení zabezpečováno soustavou koaxiálních nerezových trubek, kterými proudí chladivo (LN2 nebo voda). Vnější trubka o průměru 6 × 1 mm má jeden konec vakuově pájený do těla měděného tepelného výměníku (obr. 3.10) a druhý konec je na vzduchu utěsněn v T-šroubení Swagelok (obr. 3.11). Do vnější trubky je zastrčena vnitřní trubka o průměru 3 × 0,5 mm, kterou vchází do díry ve výměníku chladivo. Ve výměníku dochází k výměně tepla a chladivo vychází ven z výměníku vnější trubkou (obr. 3.10). Vnitřní trubka je ve výměníku centrovaná pomocí zahnutých výstupků a vnější trubka je centrována závitem. Druhý konec vnitřní trubky je na vzduchové straně utěsněn šroubením Swagelok.




**Obr. 3.10:** Řez modelu tepelného výměníku.

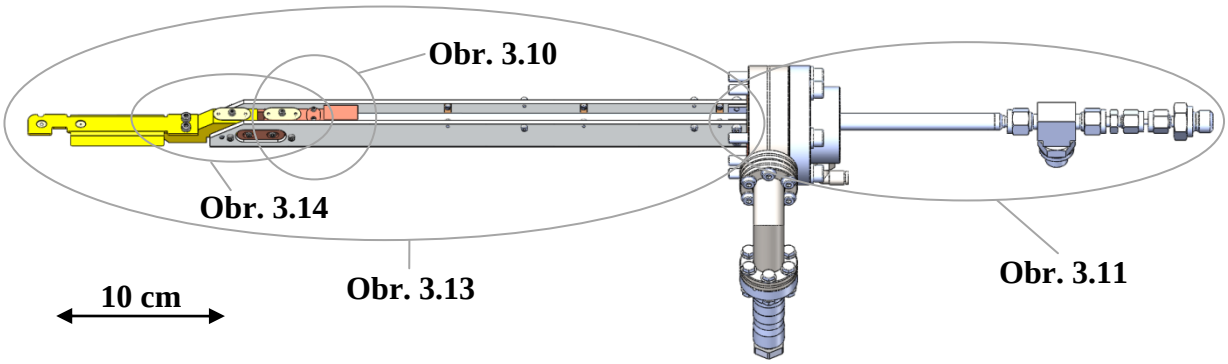
Soustava trubek chlazení je koaxiální s nerezovými trubkami čerpání o průměru 10 × 0,5 mm. Dlouhá trubka čerpání je na jednom konci vakuově pájená k výměníku (obr. 3.10) a na druhém konci je přivařena elektronovým svazkem k nosné nerezové přírubě DN40CF (obr. 3.11). Krátká trubka čerpání je jedním koncem přivařena elektronovým svazkem k nosné přírubě a její druhý konec je přivařen elektronovým svazkem k nerezové koncovce (obr. 3.11). Koncovka je přivařena k vnější trubce chlazení. Vnější trubka chlazení je tím pevně spojená s nosnou přírubou. V nosné přírubě je závitová díra pro šroubení, kterým je objem vzduchu mezi trubkami diferenciálně čerpán na tlak ~ 1 Pa. Trubky čerpání tvoří tepelnou izolaci trubek chlazení a slouží také k testování vakuové těsnosti svařovaných a pájených spojů heliovým testem.




**Obr. 3.11:** Řez modelu chladicího systému na vzduchové straně.

Tepelný výměník a držák clony jsou 4 mm od sebe a lze je přepojit dvěma tepelnými můstky z mědi nebo také měděným pletencem (obr. 3.10, obr. 3.13). Uživatel má podle potřebné teploty clony na výběr z celkově čtyř možností chlazení. První možností je chlazení držáku LHe/$LN_2$ pomocí pletence ze sekundárního výměníku kryostatu. Při chlazení z kryostatu jsou tepelný můstky odmontovány. Druhou a třetí možností je chlazení clony $LN_2$ nebo vodou, za pomoci tepelného výměníku, kdy jsou tepelný můstky přimontovány a teplo může přestupovat z clony přes držák clony až do tepelného výměníku, kde je předáváno chladivu (obr. 3.10). Poslední možností je pasivní chlazení.

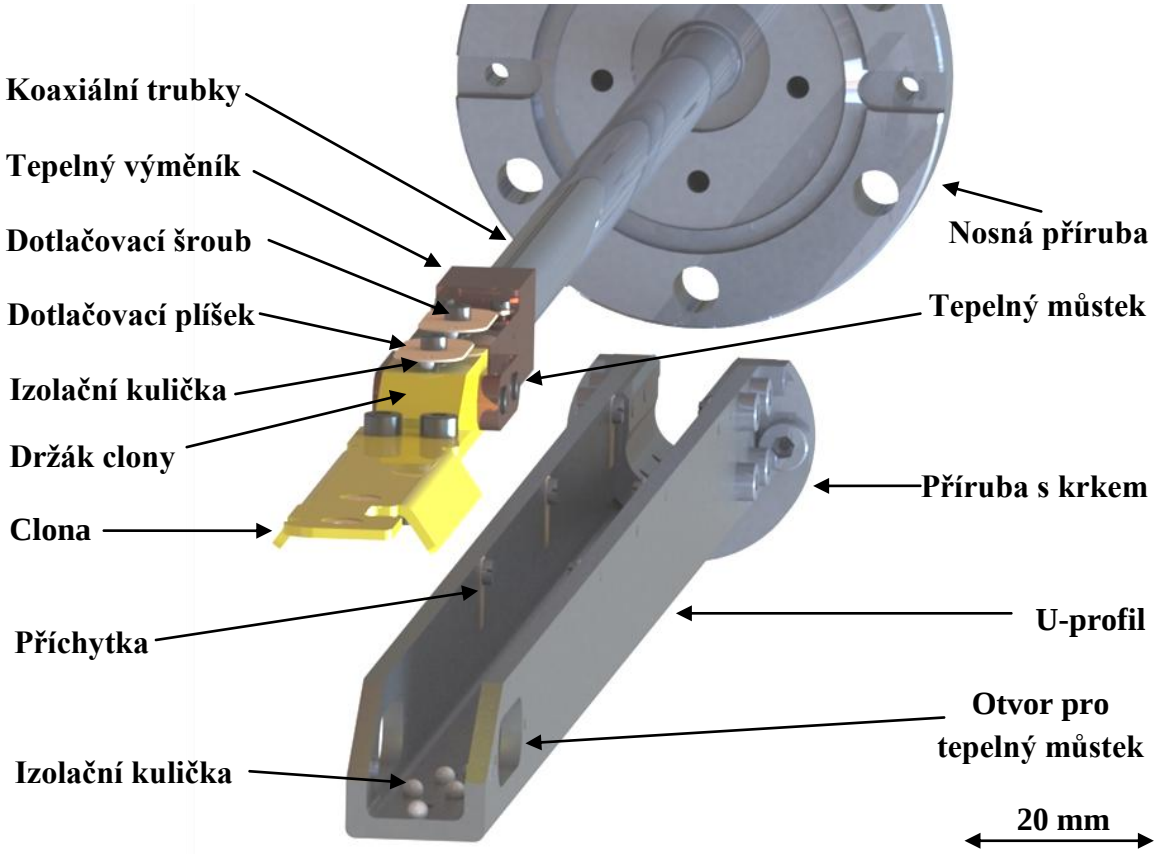
Jak držák clony, tak tepelný výměník jsou přichyceny k nosnému duralovému U-profilu. U-profil je přišroubován k přírubě s krkem a ta je přišroubovaná k nosné přírubě (obr. 3.13). Pro efektivní chlazení je nutné držák a výměník (chladiče) tepelně odizolovat od U-profilu.




**Obr. 3.12:** Přehledový pohled pro orientaci v modelu prototypu clony objektivu

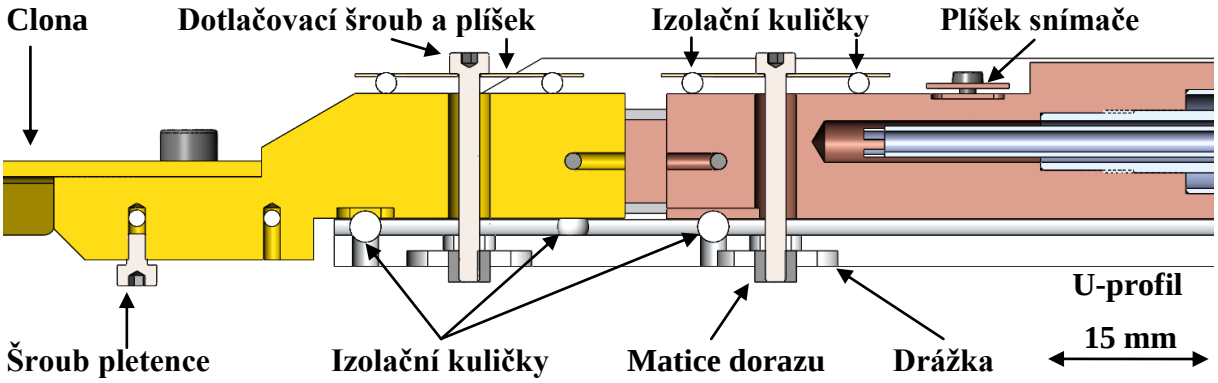
### 3.3.2 Tepelné odizolování

Tepelné odizolování chladičů od U-profilu je koncipováno tak, že chladiče jsou uloženy na kuličkách z křemenného skla ($SiO_2$). Použité křemenné sklo má při pokojové teplotě tepelnou vodivost jen 0,013 J · cm [38]. K odizolování chladičů od U-profilu jsou použity kuličky o průměru 3 mm, které leží v dírách vyvrtaných do přední části U-profilu (obr. 3.13).




**Obr. 3.13:** Detail horní přední částí rozloženého modelu prototypu clony objektivu.

Poloha tepelného výměníku je daná dlouhou trubkou čerpání a výměník je odizolován jen jednou kuličkou (obr. 3.14). V tepelném výměníku je drážka, do které kulička zapadne, čímž jsou kompenzovány výrobní nepřesnosti a případné změny délky tepelnou roztažností. Poloha držáku clony je daná třemi prvky v rovině. První kulička je v držáku uložena v drážce, stejně jako u tepelného výměníku. Druhá kulička je nepohyblivě uložena v malé díře a poslední kulička je uložena ve velké díře, kde má všechny stupně volnosti.




**Obr. 3.14:** Řez modelu tepelného odizolování držáku a výměníku od U-profilu.

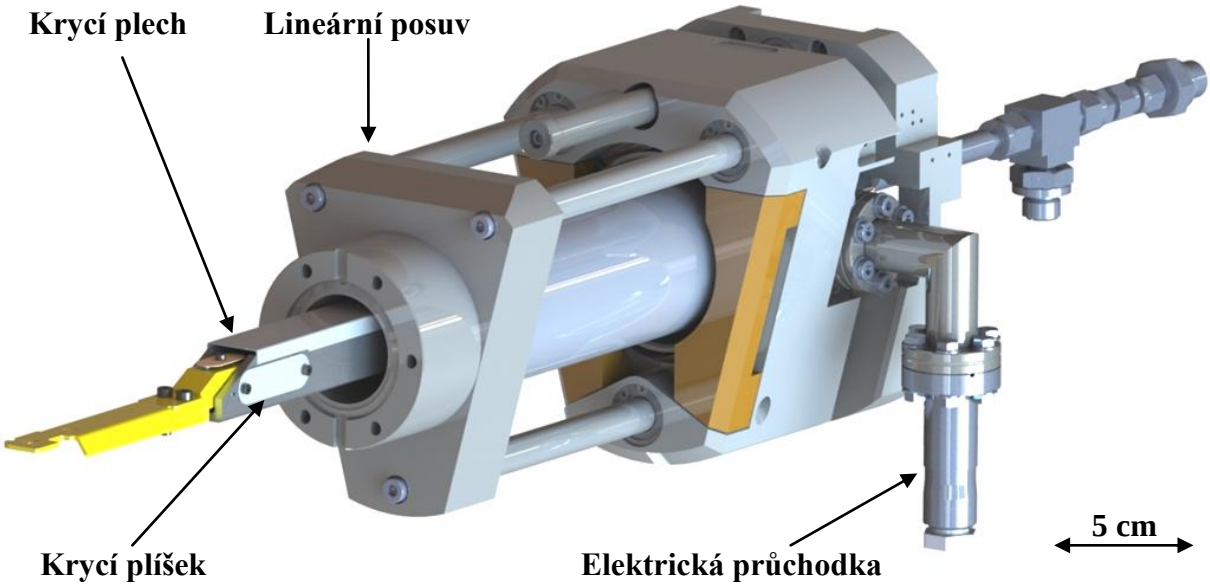
Chladiče jsou k U-profilu dotlačovány šroubem, který volně prochází dírami v jejích tělech. Šroub působí silou na dotlačovací plech a je zašroubován do titanové matice dorazu (obr. 3.14). Matice dorazu jsou uloženy v drážkách na spodní ploše U-profilu. Dotlačovací plech je vyroben z beryliové mědi a je tepelně upraven, čímž dosahuje lepší pružnosti. Dotlačovací plech má dvě průchozí díry, v kterých jsou uloženy menší izolační kuličky o průměru 2 mm (obr. 3.14). Celý chladicí systém je tímto způsobem přichycen k U-profilu a tepelně od něho odizolován pro maximální účinnost chlazení.

### 3.3.3 Ostatní součástí

U-profil je shora zakrytý dlouhým plechem z duralu (obr. 3.15). Duralovými krycími plíšky (obr. 3.15) jsou zakryty i otvory pro tepelné můstky, které jsou vyfrézované v U-profilu (obr. 3.13). Do přední části U-profilu jsou z boků zašroubovány stavěcí šrouby pro fixaci držáku během montáže. Po celé délce vnitřních stěn U-profilu jsou zašroubovány plechové příchytky z beryliové mědi (obr. 3.13). Příchytkami jsou uchyceny vodiče snímačů teploty. První snímač je přilepen stříbrným lepidlem na clonu a druhý snímač je v drážce v tepelném výměníku. Snímač je v drážce uchycen přes měděný plíšek dvěma šrouby (obr. 3.14).

Kabeláž je z komory vyvedena UHV elektrickou průchodkou (obr. 3.15), která je přišroubována ke kolenu. Koleno je přišroubováno k portu distanční příruby, stejně jako u funkčního vzorku clony. Stejným způsobem jako u funkčního vzorku je také nosná příruba s celou sestavou prototypu clony objektivu přišroubována k distanční přírubě. Distanční příruba je přišroubována k přírubě lineárního posuvu (obr. 3.15). Veškeré šrouby od clony až po výměník jsou kvůli zařízení Augerovy elektronové spektroskopie z nemagnetického titanu.

Prototyp clony objektivu (obr. 3.15) má dvě hlavní funkce. První funkcí je ochrana objektivu a okolních zařízení před tepelnou radiací ze vzorku, materiálem deponovaným z efuzní cely a částicemi desorbovanými z povrchu vzorku. Druhou funkci clony objektivu je vytvoření kryo „komůrky“ nad vzorkem, která při chlazení vzorku působí jako tepelný štít a napomáhá dosažení nižší teploty na vzorku v kratším čase.




**Obr. 3.15:** Model prototypu clony objektivu.

# Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo navrhnout konstrukční řešení ochrany objektivu ultra vakuového rastrovacího elektronového mikroskopu – UHV SEM, který je vyvíjen společností TESCAN Brno, s.r.o., ve spolupráci s Ústavem fyzikálního inženýrství a Ústavem přístrojové techniky AV ČR, v.v.i. Okrajově se práce zabývala také adaptací efuzní cely pro potřeby in situ depozice materiálu. Adaptace efuzní cely minimalizuje její konstrukční nedostatky a umožňuje pozorování růstu ultratenkých vrstev v reálním čase bez degradace obrazu z detektoru sekundárních elektronů.

Byl navržen a podle vypracované technické dokumentace vyroben funkční vzorek clony objektivu. Funkční vzorek clony má vývojový charakter a sloužil k provedení experimentálního měření teploty objektivu a clony při ohřívání vzorku. Byl optimalizován měřící protokol, ve kterém byly stanoveny jednotlivé kroky a postup měření.

V první sadě měření byla sledována teplota na objektivu v závislosti na výkonu ohřívače vzorku. Měření bylo vykonáno za použití každé ze tří pozic clony a nakonec s nezacloněným objektivem. První sadou měření byla ověřena účinnost clony z hlediska funkce tepelného štítu. Druhá sada měření teploty na cloně v závislosti na výkonu ohřívače pro různé vzdálenosti od ohřívaného vzorku (40 mm, 20 mm, 12 mm) sloužila k návrhu systému chlazení prototypu clony objektivu. Naměřené hodnoty teplot na cloně a objektivu v obou sadách měření jsou nižší, než bylo předpokládáno. Kvůli vysoké časové náročnosti měření nebylo možné u každého kroku čekat, dokud se teploty úplně ustálí a získat tak relevantnější hodnoty teplot.

Hlavním výstupem této práce je konstrukční návrh a kompletní výkresová dokumentace chlazeného prototypu clony objektivu UHV SEM. Clona objektivu plní funkci štítu objektivu před deponovaným materiálem, desorbovanými částicemi a tepelným zářením z ohřívaného vzorku. Při chlazení vzorku na kryogenní teploty plní clona funkci tepelného štítu chránicího vzorek před tepelným zářením z okolí. Clona objektivu umožní in situ depozici z efuzní cely a pozorování růstu ultratenkých vrstev v reálném čase. Clona objektivu může být použita i jako chlazený tepelný štít a může pomoci posunout limit mezní teploty a také výrazně zkrátit dobu potřebnou pro chlazení vzorku. Prototyp clony objektivu poskytuje uživateli čtyři možnosti chlazení clony (kapalným heliem, kapalným dusíkem, vodou, pasivním chlazením) podle teploty potřebné pro danou aplikaci.

Byly splněny všechny cíle této bakalářské práce a navíc byla adaptovaná efuzní cela. Po vyrobení a sestavení chlazeného prototypu clony objektivu proběhne jeho otestování. Bude vykonána in situ depozice materiálu z adaptované efuzní cely při použití prototypu clony k ochraně objektivu. Poprvé tak bude možné sledovat růst ultratenkých vrstev v reálném čase prostřednictvím SEM. Po ověření funkčnosti najde clona objektivu uplatnění například při tvorbě rozlišovacích vzorků pro určování rozlišení komerčních elektronových mikroskopů.

# Seznam použitých zdrojů


[1] MARQUARDT, Niels. Introduction to the principles of vacuum physics. *Vacuum* [online]. 1999, (1661), 1–24. Dostupné z: doi:10.5170/CERN-1999-005.1

[2] MACH, J. *Vývoj a aplikace UHV zařízení pro depozice tenkých vrstev (Atomární a iontové svazkové systémy)* [Dizertační práce]. Brno: VUT, FSI, 2009, 103 s.

[3] HONIG, R. a D. KRAMER. Vapor Pressure Data for the Solid and Liquid Elements. *RCA Review*. 1969, (30), 285–305.

[4] MEYER TOOL & MFG. *Vacuum Compatible Metals and Alloys* [online]. 2012 [vid. 2017-04-09]. Dostupné z: http://www.mtm-inc.com/ac-20120328-vacuum-compatible-metals-and-alloys.html

[5] COYNE, D. *LIGO Vacuum Compatible Materials List* [online]. 2004 [vid. 2017-04-09]. Dostupné z: https://dcc.ligo.org/public/0003/E960050/011/E960050-v11 Vacuum Compatible Materials List.pdf

[6] CORNING. *MACOR® Machibable Glass Ceramic for Industrial Apllications* [online]. 2012 [vid. 2017-04-09]. Dostupné z: https://www.corning.com/media/worldwide/csm/documents/71759a443535431395eb34ebead091cb.pdf

[7] VICTREX. *VICTREX ® PEEK 450G* [online]. 2014 [vid. 2017-04-09]. Dostupné z: https://www.victrex.com/~/media/datasheets/victrex_tds_450g.pdf

[8] KURT J. LESKER COMPANY. *CF Flanges Technical Notes* [online]. [vid. 2017-04-09]. Dostupné z: https://www.lesker.com/newweb/flanges/flanges_technicalnotes_conflat_1.cfm

[9] DE SEGOVIA, J. Physics of outgassing. *CERN* [online]. 1999, 99–110. Dostupné z: doi:10.1.1.372.5286

[10] UNIVERZITA TOMÁŠE BATI VE ZLÍNĚ. *5 . Získávání a měření nízkých tlaků* [online]. [vid. 2017-04-09]. Dostupné z: http://ufmi.ft.utb.cz/texty/plazmochemie/PCH_05.pdf

[11] ROCHESTER INSTITUTE OF TECHNOLOGY. *Chapter 6 Vacuum Pumps* [online]. 2008 [vid. 2017-04-10]. Dostupné z: https://people.rit.edu/vwlsps/LabTech/Pumps.pdf

[12] VAC AERO INTERNATIONAL INC. *Oil Sealed Rotary Vane Vacuum Pumps – Background and Designs Part 2: Direct Drive design* [online]. 2014 [vid. 2017-04-10]. Dostupné z: https://vacaero.com/information-resources/vacuum-pump-technology-education-and-training/721-oil-sealed-rotary-vane-vacuum-pumps-background-and-designs-part-2-direct-drive-design.html

[13] KURT J. LESKER COMPANY. *Agilent (Varian) Scroll Pumps* [online]. [vid. 2017-04-09]. Dostupné z: https://www.lesker.com/newweb/vacuum_pumps/scrollpump_varian.cfm

[14] O'HANLON, JOHN F. *A User's Guide to Vacuum Technology*. 3. vyd. Hoboken: John Wiley, 2005. ISBN 9780471467151.

[15] HIVATEC LABORATORY. *Ion Pumps* [online]. [vid. 2017-04-10]. Dostupné z: http://hivatec.ca/our-services/vacuum-pump-maintenance-repair/ion-pumps/

[16] NATIONAL INSTRUMENTS CORPORATION. *Produktová stránka* [online]. [vid. 2017-04-10]. Dostupné z: http://sine.ni.com/cs/app/doc/p/id/cs-14907#prettyPhoto

[17] MIDWEST TUNGSTEN SERVICE. *Diffusion Pumps* [online]. [vid. 2017-04-10]. Dostupné z: https://www.tungsten.com/tips/diffusion-pumps/

[18] PFEIFFER VACUUM GMBH. *Indirect, gas-dependent pressure measurement* [online]. [vid. 2017-04-10]. Dostupné z: https://www.pfeiffer-vacuum.com/en/know-how/vacuum-measuring-equipment/fundamentals-of-total-pressure-measurement/indirect-gas-dependent-pressure-measurement/

[19] DUBRAVCOVÁ, V. *Vákuová a ultravákuová technika: vysokoškolská učebnica pre Elektrotecnickú fakultu STU*. Bratislava: Alfa, 1992. ISBN 80-05-01090-7.

[20] LECK, J. H. *Total and partial pressure measurement in vacuum systems*. Glasgow: Blackie, 1989. ISBN 0216922607.

[21] WITTKE, J. Northern Arisona University. *Instrumentaion* [online]. 2015 [vid. 2017-04-11]. Dostupné z: http://nau.edu/cefns/labs/electron-microprobe/glg-510-class-notes/instrumentation/

[22] BÍLÝ, T. *Rozptyl primárních elektronů na atomech zalévacího média biologického materiálu u nízkonapěťového transmisního elektronového mikroskopu LV EM 5*. B.m., 2011. Dipolová práce. Jihočeská univerzita v Českých Budějovicých, Pedagogická fakulta, Katedra fyziky. Vedoucí práce RNDr. Stanislav Hucek, Ph.D.

[23] REIMER, L. *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*. 2. vyd. Hiedelberg: Springer, 1998. ISBN 978-3-642-08372-3.

[24] BOGNER, A. et al. A history of scanning electron microscopy developments: Towards „wet-STEM" imaging. *Micron* [online]. 2007, **38**(4), 390–401. ISSN 09684328. Dostupné z: doi:10.1016/j.micron.2006.06.008

[25] WILLIAMS, D. a C. CARTER. *Transmission electron microscopy: A textbook for materials science*. 2. vyd. New York: Springer, 2009. ISBN 9780387765006.

[26] BRODIE, Ivor a Julius J. MURAY. *The physics of micro/nano-fabrication*. New York: Plenum Press, 1992. ISBN 978-0-306-44146-2.

[27] EVERHART, T. a R. THORNLEY. Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents. *Journal of Scientific Instruments* [online]. 1960, **37**(7), 246–248. Dostupné z: doi:10.1088/0950-7671/37/7/307

[28] WITTKE, J. Northern Arisona University. *Detection of signals* [online]. 2015 [vid. 2017-05-01]. Dostupné z: http://nau.edu/cefns/labs/electron-microprobe/glg-510-class-notes/detection-of-signals/

[29] PAULY, H. *Atom, Molecule, and Cluster Beams I*. 1. vyd. New York: Springer, 2000. ISBN 3540676732.

[30] LUCAS, C.B. *Atomic and Molecular Beams Thier Production and Collimation from Hydrogen to the Actinides*. 1. vyd. Hoboken: CRC, 2013. ISBN 9781466561069.

[31] VÁLYI, L. *Atom and ion sources*. New York: Wiley, 1997. ISBN 9780471994633.

[32] AXMAN, T. *Vývoj nosiče vzorků pro měření elektrických vlastností v UHV SEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství, 2016. 40 s. Vedoucí práce Ing. Petr Bábor, Ph.D.

[33] KŘÁPEK, O. *Návrh a konstrukce efuzní cely pro přípravu ultratenkých vrstev*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009.25s. Vedoucí práce Ing. Jindřich Mach.

[34] SHAH, Piyush, Xiaoxu NIU a Andrew SARANGAN. Effect of cryogenic substrate temperature on the growth of Ag and Cu nanostructured optical metamaterials. *2012 Symposium on Photonics and Optoelectronics, SOPO 2012* [online]. 2012, 1–2. Dostupné z: doi:10.1109/SOPO.2012.6270908

[35] GIANNUZZI, Lucille a. a Fred a. STEVIE. *Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques, and practice*. New York: Springer, 2005. ISBN 0-387-23116-1.

[36] THOMPSON, M. *Auger electron spectroscopy*. New York: Wiley, 1985. ISBN 9780471043775.

[37] KITTEL, Ch. *Elementary Statistical Physics*. Dover. New York: Dover Publications, 2004. ISBN 9780486138909.

[38] SWISS JEWEL COMPANY. *PROPERTIES OF FUSED SILICA* [online]. [vid. 2017-05-05]. Dostupné z: http://www.swissjewel.com/images/uploads/Properties of Fused Silica.pdf

[39] LOPOUR, F. *Development and application of an UHV SPM microscope: Vývoj a aplikace mikroskopu UHV SPM : short version of Ph.D. Thesis*. Brno: Vysoké učení technické, 2006. ISBN 80-214-3139-3.

# Seznam použitých zkratek a symbolů

## Zkratky

UHV – ultra vysoké vakuum (Ultra High Vacuum)

SEM – rastrovací elektronový mikroskop (Scanning Electron Microscope)

EN – evropské normy (European Norms)

AISI – americká instituce pro železo a ocel (American Iron and Steel Institute)

PEEK – polyetereterketon

CF – ConFlat (typ příruby)

Cu-OF – bezkyslikatá měď (Cu-Oxigen Free)

SE – sekundární elektrony (Secondary Electrons)

BSE – zpětně odražené elektrony (Backscattered Electrons)

AE – Augerovy elektrony (Auger Electrons)

X – rentgenové záření (X-rays)

EBIC – proud indukovaný elektronovým svazkem (Electron Beam Induced Current)

SC – proud na vzorku (Specimen Current)

PE – primární elektrony (Primary Electrons)

E-T – Everhart-Thornley

SPM – rastrovací sondový mikroskop (Scanning Probe Microscope)

FIB – fokusovaný iontový svazek (Focused Ion Beam)

AES – Augerova elektronová spektroskopie (Auger Electron Spectroscopy)

DN – nominální průměr (Diamètre Nominal)

WD – pracovní vzdálenost (Working Distance)

PBN – pyrolytický nitrid bóru (Pyrolytic Boron Nitride)

LHe – kapalné helium (Liquid helium)

$LN_2$ – kapalný dusík (Liquid nitrogen)

## Symboly

| | | |
|---|---|---|
| $[p]$ = Pa | – | tlak |
| $[\lambda]$ = m | – | střední volná dráha |
| $[k] = \mathrm{J \cdot K^{-1}}$ | – | Boltzmannova konstanta |
| $[T]$ = K (°C) | – | termodynamická teplota |
| $[\sigma_\mathrm{k}] = \mathrm{m^2}$ | – | účinný průřez atomu |
| $\pi$ | – | Ludolfovo číslo |
| $[\delta]$ = m | – | průměr atomu |
| S | – | síra |
| P | – | fosfor |
| Cd | – | kadmium |
| Zn | – | zinek |
| $[S] = \mathrm{l \cdot s^{-1}}$ | – | čerpací rychlost |
| $[p_0]$ = Pa | – | mezní tlak |
| $[V] = \mathrm{m^3}$ | – | objem |
| $[t]$ = s | – | čas |
| $H_2$ | – | molekula vodíku |
| $N_2$ | – | molekula dusíku |
| $O_2$ | – | molekula kyslíku |
| He | – | helium |
| Ar | – | argon |
| $LaB_6$ | – | hexaborid lanthanu |
| W | – | wolfram |
| $ZrO_2$ | – | oxid zirkoničitý |
| $[e]$ = C | – | elementární náboj |
| $[\vec{v}] = \mathrm{m \cdot s^{-1}}$ | – | rychlost |
| $[\vec{F}]$ = N | – | Lorentzova síla |
| $[\vec{E}] = \mathrm{V \cdot m^{-1}}$ | – | intenzita elektrického pole |
| $[\vec{B}]$ = T | – | magnetická indukce |

| | | |
|---|---|---|
| $[R]$ = m | – | interakční hloubka |
| $[d]$ = m | – | průměr výstupní apertury |
| $[l]$ = m | – | délka výstupní apertury |
| $[N]$ = – | – | počet atomů |
| $[X]$ = – | – | redukční koeficient |
| $[n]$ = $m^{-3}$ | – | koncentrace atomů |
| $[\bar{v}]$ = $m \cdot s^{-1}$ | – | střední rychlost |
| $[A_S]$ = $m^2$ | – | plocha výstupního otvoru |
| $[\theta_{1/2}]$ = ° | – | úhel poloviční intenzity svazku |
| $[\varphi]$ = ° | – | úhel rozptylu svazku |
| [Ø] = m | – | průměr |
| $[I]$ = $W \cdot m^{-2}$ | – | intenzita záření |
| $[\sigma]$ = $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-4}$ | – | Stefanova-Boltzmannova konstanta |
| $[r]$ = m | – | vzdálenost od zdroje |
| $[I_z]$ = A | – | elektrický proud ze zdroje |
| $[U_z]$ = V | – | elektrické napětí ze zdroje |
| $[P]$ = W | – | výkon |
| $SiO_2$ | – | oxid křemičitý |

# Seznam příloh

## Přílohy na CD

Kompletní výkresová dokumentace funkčního vzorku clony objektivu, nových částí efuzní cely a prototypu clony objektivu ve formátu pdf.

## Přílohy v samostatných deskách

Vytištěná kompletní výkresová dokumentace funkčního vzorku clony objektivu, nových částí efuzní cely a prototypu clony objektivu:

| Číslo výkresu | Název | Formát |
|---|---|---|
| UDF-00 | SHUTTER CHLAZENÝ – UHV | A2 |
| UDF-01-00 | SVAŘENEC TRUBEK CHLAZENÍ | A4 |
| UDF-100 | PODLOŽKA TESTOVACÍ | A4 |
| UDF-101 | PŘÍPRAVEK PRO NASAZENÍ CLONY | A4 |
| UDF-102 | CLONA | A4 |
| UDF-103 | PŘÍPRAVEK PRO SESAZENÍ CLONY | A4 |
| UDF-104 | DRŽÁK CLONY | A4 |
| UDF-105 | ZÁVITOVÁ TYČ M8 – L350 S VYBRÁNÍM | A4 |
| UDF-106 | KRYT VNĚJŠÍ | A3 |
| UDF-107 | PLECH UZÁVĚRKY | A4 |
| UDF-108 | KOLIMÁTOR | A4 |
| UDF-109 | PŘÍRUBA S KRKEM | A4 |
| UDF-111 | PROFIL U – UPRAVENÝ | A3 |
| UDF-112 | KRYT DLOUHÝ | A4 |
| UDF-113 | DRŽÁK CLONY CHLAZENÝ | A4 |
| UDF-114 | TEPELNÝ VÝMĚNÍK | A4 |
| UDF-115 | TEPELNÝ MŮSTEK | A4 |
| UDF-116 | KRYT KRÁTKÝ | A4 |
| UDF-117 | MATICE DORAZU | A4 |
| UDF-118 | PLECH DOTLAČOVACÍ | A4 |
| UDF-119 | PLECH PLOCHÝ KRYCÍ | A4 |
| UDF-120 | TRUBKA ČERPÁNÍ DLOUHÁ | A4 |
| UDF-121 | TRUBKA CHLAZENÍ VNĚJŠÍ | A4 |
| UDF-122 | TRUBKA CHLAZENÍ VNITŘNÍ | A4 |
| UDF-123 | TRUBKA ČERPÁNÍ KRÁTKÁ | A4 |
| UDF-124 | PŘÍRUBA CF40 PRO CHLAZENÍ | A3 |
| UDF-125 | KONCOVKA | A4 |
| UDF-126 | CLONKA 0,8 | A4 |
| UDF-127 | CLONKA 2,0 | A4 |