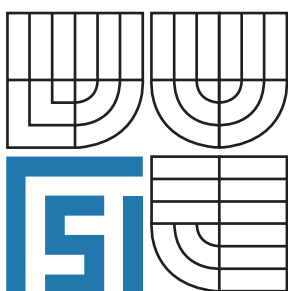


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

VÝVOJ ATOMÁRNÍCH A IONTOVÝCH SVAZKOVÝCH ZDROJŮ

DEVELOPMENT OF THE ATOM AND ION BEAM SOURCES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

JAN TIHLAŘÍK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. JINDŘICH MACH, Ph.D.

BRNO 2010

OFICIÁLNÍ ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Abstrakt

TIHLAŘÍK, J. *Vývoj atomárních a iontových svazkových zdrojů*. Bakalářská práce, Brno: VUT, FSI, 2010.

Práce se zabývá problematikou tvorby iontových svazků. Je zde popsán vliv iontové optiky na formování svazku a růst ultratenkých vrstev GaN, jakož i optimalizace zdroje k depozici a měření vlastností iontového svazku. V rámci práce byly provedeny depozice GaN ultratenkých vrstev na substrát Si(111) δ H za pokojové teploty pro různá nastavení elektrických potenciálů na elektrodách iontově-atomárního zdroje.

Abstract

TIHLAŘÍK, J. *Development of the Atom and Ion Beam Sources*. Bachelor's thesis, Brno: VUT, FSI, 2010.

This text is oriented for problems of creating ion beams. Thesis also describe the impact of ion optics to ion beam profile and preparing GaN layers. Also ion-atom source optimization and analysis of beam properties are there described. Also it was made deposition of GaN ultrathin layers on Si(111) δ H at room temperature for different settings of atom-ion source electric electrodes.

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně s použitím literatury a zdrojů, které uvádím v seznamu.

V Brně dne 19. května 2010

.....

Děkuji Ing. Jinříchu Machovi, Ph.D. za mé citlivé vedení při zpracování bakalářské práce, za neocenitelnou pomoc a spolupráci při přípravě i realizaci experimentů, Tomáši Šamořilovi, Mgr. za pomoc při zpracování výsledků experimentů.

Děkuji všem, kteří se na tvorbě této práce jakýmkoliv způsobem podíleli.

Obsah

Úvod	13
1 PŘÍPRAVA ULTRATENKÝCH VRSTEV	15
1.1 Epitaxní růst	15
1.2 GaN vrstvy	16
2 ZDROJE IONTOVÝCH A ATOMÁRNÍCH SVAZKŮ	17
2.1 Zdroje termálních atomárních svazků	17
2.2 Zdroje iontových svazků	19
2.2.1 Ionizace atomů a molekul	20
2.2.2 Typy iontů	21
2.2.3 Popis iontových zdrojů	21
2.3 Iontově-atomární zdroje	23
3 DETEKCE IONTOVÝCH A ATOMÁRNÍCH SVAZKŮ	25
3.1 Faradayova sonda	25
3.2 Elektromagnetické detektory	26
3.3 Kalorimetrická metoda	27
3.4 Detekce fluorescenčním terčem	27
4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	28
4.1 Měření profilu iontového svazku	28
4.2 Depozice GaN	32
4.3 Studie posuvu pro výměnu I-A zdroje	36
Závěr	37
Literatura	38

ÚVOD

Nanotechnologie jsou velice perspektivním a dynamicky se rozvíjejícím oborem, jenž nachází široké uplatnění v celé řadě technických oborů. Jako příklad uveďme využití ultratenkých vrstev v elektrotechnice. Nanotechnologie a ultratenké vrstvy zde hrají důležitou roli při tvorbě elektronických součástek (CMOS, LED, integrované obvody, tranzistory, paměťová média ...).

K dosažení optimálních vlastností ultratenkých vrstev je proto nutno hledat a vyvíjet nejrůznější metody tvorby a analýzy ultratenkých vrstev a nanostruktur. Tyto metody se však těžko obejdou bez souběžného vývoje potřebných technologických zařízení, s jejichž pomocí jsme schopni docílit uspokojivých výsledků v oblasti přípravy a analýzy ultratenkých vrstev.

Jako velmi užitečná zařízení k tvorbě ultratenkých vrstev se jeví iontově-atomární zdroje, které dokáží produkovat svazky iontů a atomů. Zdroje lze taktéž využívat k modifikaci povrchů nebo též k analýze jejich složení a struktury. Vlastnosti iontově-atomárních svazků jsou však do jisté míry ovlivněny samotnou konstrukcí iontově-atomárních zdrojů.

Cílem publikace je tedy seznámit se s problematikou iontově-atomárních zdrojů a přípravou ultratenkých vrstev s asistencí iontových svazků.

Jan Tihlařík

1 PŘÍPRAVA ULTRATENKÝCH VRSTEV

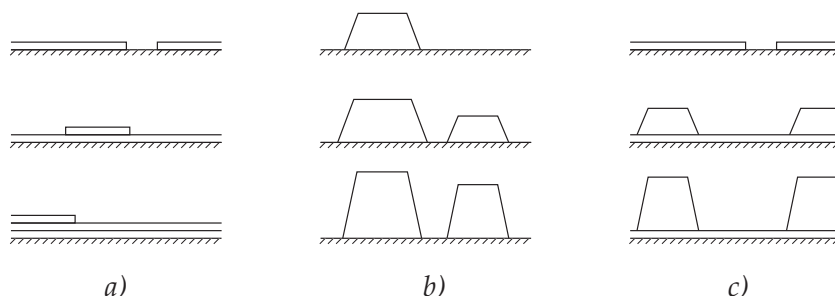
V oblasti přípravy ultratenkých vrstev existuje mnoho metod, které se liší způsobem tvorby vrstev. V současné době je věnována vysoká pozornost především přípravě galliumnitridových (GaN) vrstev s využitím epitaxního růstu.

1.1 EPITAXNÍ RŮST

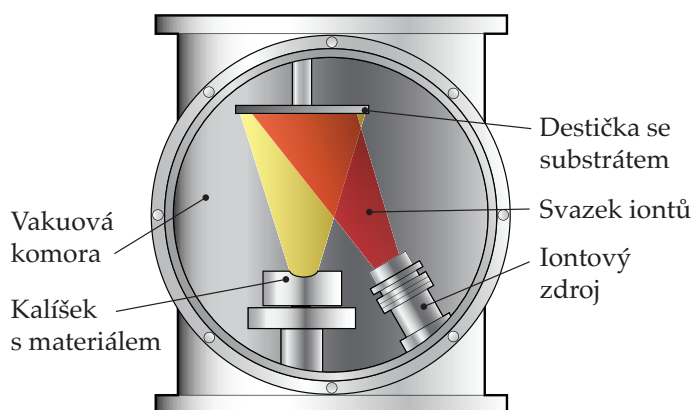
Příprava epitaxních polovodičových vrstev umožňuje růst velmi kvalitních krystalických a ultratenkých vrstev, jež nabývají tloušťky řádově několika nanometrů.

Při epitaxním růstu vzniká vrstva na substrátu s jednotnou krystalovou orientací. Proces růstu je inicializován vznikem tzv. nukleačních míst na povrchu substrátu, kde se následně shlukují deponované atomy. Tyto atomy vytvářejí zárodečné ostrůvky, které postupně dotváří celistvou vrstvu.

Podle způsobu vzniku nukleačních zárodků lze růst tenké vrstvy rozdělit na tři základní růstové módy. První růstový mód se nazývá růst vrstvy po vrstvě (*Layer by Layer*), neboli Frankův-van der Merweův mód (*obrázek 1 a*). Tento mód je typický tím, že deponované atomy jsou vázány silněji k substrátu, než samy mezi sebou. Druhý růstový mód se nazývá ostrůvkový růst, neboli Volmerův-Weberův mód (VW-mód, viz *obrázek 1 b*). Při tomto růstu jsou atomy mezi sebou přitahovány větší silou než k substrátu. Kombinací předchozích dvou módů je růst vrstva plus ostrůvky, neboli Stranského-Krastanovův mód (SK-mód, vykresleno na *obrázku 1 c*).



Obrázek 1: Schematické znázornění růstových módů: a) Růst vrstva po vrstvě; b) Ostrůvkový růst; c) Růst vrstva plus ostrůvky.



Obrázek 2: Nákres vakuové komory a principu techniky IBAD, tedy tenkovrstvé depozice kombinované s ostřelováním vzorku iontovým svazkem.

K růstu ultratenkých vrstev je často využívána metoda epitaxe z molekulárních svazků (MBE, angl. *molecular beam epitaxy*), kterou vyvinuli na konci šedesátých let 20. století J. R. Arthur a Alfred Y. Cho. [7]. Proces epitaxe probíhá za ultravysokého vakua (UHV, angl. *ultra high vacuum*.), řádově 10^{-8} Pa.

Růst vrstev na substrátu lze ovlivnit rychlostí depozice, teplotou, chemickým složením substrátu, nebo i dopadem iontů. Zajímavých výsledků růstu lze dosáhnout kombinací tenkovrstvé depozice a ostřelováním svazkem iontů. Řeč je o technologii IBAD (angl. *ion beam assisted deposition*), znázorněné na obrázku 2.

1.2 GaN VRSTVY

Galliumnitrid se jeví jako velmi perspektivní materiál pro tvorbu ultratenkých vrstev s velkým využitím v polovodičovém průmyslu. V současné době nachází široké uplatnění v optoelektronice, elektronice, běžně se používá např. v elektroluminiscenčních diodách (LED). V roce 1993 byl experimentálně předveden první GaN tranzistor (GaN MOSFET) [8]. Laserové diody založené na bázi galliumnitridu se používají v tzv. Blu-ray disc technologii.

Existuje několik rozdílných depozičních technik, např. metody MOCVD (angl. *metal organic chemical vapour deposition*) nebo výše popsaná MBE, které umožňují docílit heteroepitaxního růstu ultratenkých GaN vrstev.

2 ZDROJE IONTOVÝCH A ATOMÁRNÍCH SVAZKŮ

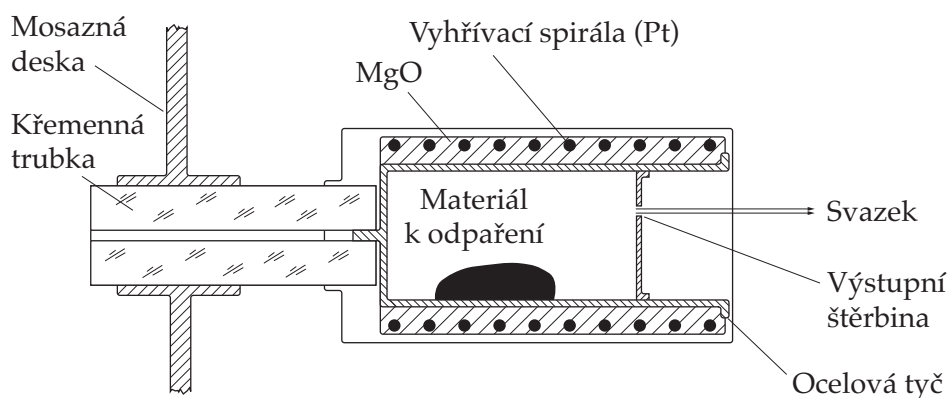
Vlastnosti iontových a atomárních svazků jsou ovlivněny typem a konstrukcí samotného zdroje. Typ je volen dle aplikace zdroje s ohledem na požadované vlastnosti daných svazků (intenzita, energie, šířka svazku ...).

2.1 ZDROJE TERMÁLNÍCH ATOMÁRNÍCH SVAZKŮ

Zdroje termálních atomárních svazků jsou používány při studiu fyzikálních vlastností atomů či molekul a k přípravě tenkých a ultratenkých vrstev. Tento typ zdroje produkuje svazek atomů o termální energii 0,1 až 1 eV. Zdroj bývá složen ze zásobníku – kalíšku, do kterého je umístěn materiál určený k depozici (např. gallium, arsen). Zásobník musí být zhotoven z materiálu, který má vyšší teplotu tání a chemicky nereaguje s daným materiálem (často se užívá Mo, PBN, Al_2O_3 , Iridium, W). Tento zásobník je zahříván na teplotu, při které dochází k odpařování materiálu.

Jeden z možných způsobů ohřevu kalíšku je znázorněn na obrázku 3. Kalíšek je ohříván odporovým drátem (platina) stočeným do spirály. Drát je zhařaven průchodem elektrického proudu až na teplotu 1300 °C.

Ohřev zásobníku (kalíšku) lze také realizovat dopadem urychlených elektronů, které jsou získávány například termoemisí z wolframového vlákna, nebo studenou emisí z kovového povrchu za přítomnosti vysokého externího elektrického pole.



Obrázek 3: Sternův-Gerlachův typ termálního atomárního zdroje, který byl užít k tvorbě atomárních svazků stříbra. Převzato z [1].

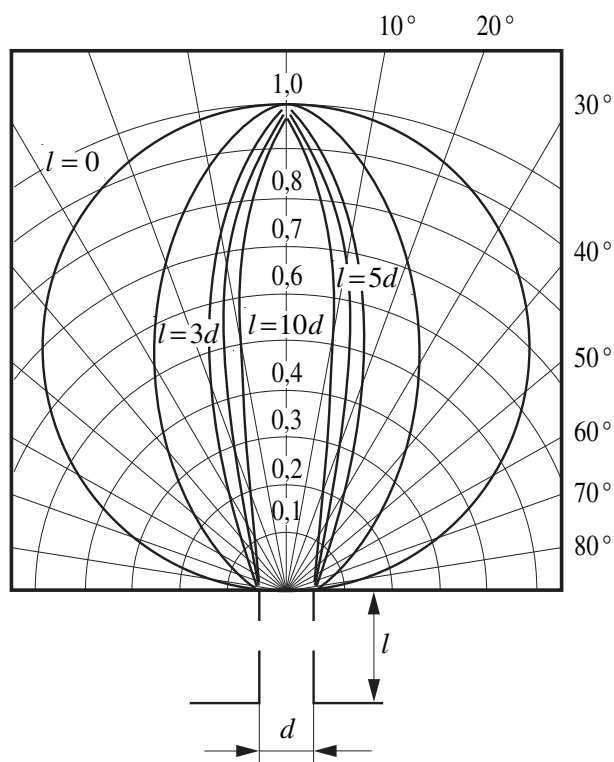
Termoemisní elektrony jsou elektrickým polem urychlovány směrem na kalíšek, na který je přivedeno kladné napětí ~ 1000 V. Energie dopadajících elektronů způsobuje ohřev kalíšku a v něm dochází k sublimaci umístěného materiálu.

Emisi neutrálních atomů vystupujících ze zdroje je možné popsat kosinovou distribuční funkcí, která je vykreslena na *obrázku 4*. Vystupující atomy lze omezit (formovat) vhodně zvolenou výstupní štěrbinou zdroje. Takovýto svazek atomů následně proudí do připojené UHV komory tzv. *efuzním tokem*.

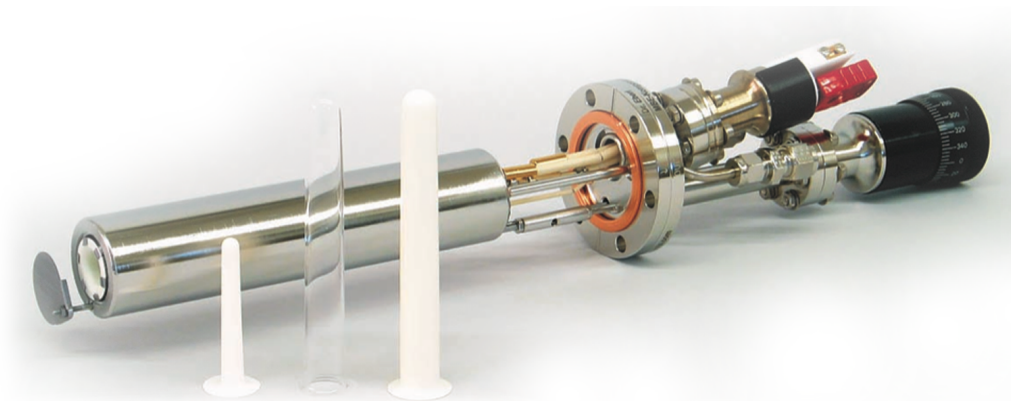
Efuzní tok nastává v případě, že tlak v okolí zdroje a tvar výstupní štěrby jsou voleny tak, aby proudění částic nebylo ovlivněno vzájemnými srážkami atomů či molekul. K takovému proudění dochází za nízkého tlaku, kdy je průměr výstupní štěrby r výrazně menší než střední volná dráha atomů λ_A , tedy platí

$$r \ll \lambda_A .$$

Tato podmínka je však dosti tvrdá, vzhledem k realizovatelnosti konstrukce výstupního otvoru. Z tohoto důvodu se často využívá méně náročné podmínky $r \leq \lambda_A$, která efektivitu zdroje zvyšuje.



Obrázek 4: Kosinová distribuční funkce popisující emisi atomárních svazků z atomárního zdroje skrze štěrbinu o tloušťce d a délce l . Převezato z [1].



Obrázek 5: Příklad komerčně vyráběné nízkoteplotní efuzní cely. V popředí jsou kalíšky vyrobené z keramiky pBN (pyrolytický bornitrid). Fotografie převzata z [3].

Na principu efuzního toku atomů funguje tzv. *efuzní cela* (na obrázku 5). Jedná se o atomární zdroj určený k sublimaci prvků (Al, Ga, In) nebo jejich sloučenin při teplotách od 200 °C do 1400 °C.

Problémem termálních atomárních zdrojů je potřebná tepelná izolace a nežádoucí přilnavost částic k okrajům výstupní štěrbin. Částice, které při emisi ulpí na okrajích výstupní štěrbin, mění její geometrii a tím i parametry svazku. V krajních případech může dojít k úplnému zanesení výstupního otvoru.

Těla termálních atomárních zdrojů jsou pro nízké experimentální teploty obvykle vyráběna z mědi, někdy i stříbra či zlata. K výrobě atomárních zdrojů pracujících za vysokých teplot (1400 °C a výše) se používá molybden nebo tantal.

2.2 ZDROJE IONTOVÝCH SVAZKŮ

Iontové zdroje nacházejí široké uplatnění jak při přípravě tenkých a ultra-tenkých vrstev tak i při přípravě nanostruktur. Ionty je možné vytvářet pomocí procesů, kterých se účastní jednotlivé molekuly, atomy, elektrony, nebo elektromagnetické záření.

Způsoby tvorby iontů a jejich typy jsou detailněji popsány v následujících odstavcích.

2.2.1 IONIZACE ATOMŮ A MOLEKUL

Ionizace je proces, při kterém se z elektricky neutrálního atomu či molekuly stává iont. Pod pojmem iont se rozumí elektricky nabitý atom, nebo molekula.

Atomy a molekuly mohou být ionizovány pomocí srážky s elektrony, nebo jinými atomy či ionty. K ionizaci částice může také dojít vlivem působení elektrického pole.

Ionizace srážkou s elektronem

Nepružné srážky elektronů s atomy mohou vést k jejich ionizaci. Při srážce je energie potřebná k vyrazení elektronu předána právě kolizí elektronu s atomem. Minimální energie potřebná k ionizaci atomu či molekuly v základním stavu se označuje jako *ionizační potenciál*, nebo také ionizační energie. Hodnoty ionizačního potenciálu se liší pro různé druhy částic.

K ionizaci může dojít i způsobem, kdy je nejprve atom srážkou s elektronem uveden do excitovaného stavu a v průběhu tohoto stavu dojde ještě jednou k jeho srážce s elektronem.

Ionizace pomocí srážky s atomem nebo iontem

Ionizace atomu je způsobena nepružnou srážkou s atomy či ionty. Proces závisí na stavu, ve kterém se částice nacházejí a na velikosti energie proběhlé srážky. Pokud je energie srážky obou částic nízká, ionizace může nastat pouze za předpokladu, že částice jsou v excitovaném stavu a při srážce je excitační energie jedné částice předána druhé.

Povrchová ionizace

Atomy nebo molekuly dopadající na horký kovový povrch se mohou odrážet a povrch opouštět v podobě kladných nebo záporných iontů. Tento proces se nazývá povrchová ionizace. Může být realizován např. bombardováním ohřátého kovového povrchu svazkem atomů či molekul, které mají být ionizovány, nebo jen napuštěním plynu do komory, ve které je při nízkém tlaku umístěn kovový povrch. Termální pohyb atomů experimentálního prvku pak způsobuje jejich srážku s povrchem kovu.

Ionizace elektromagnetickým zářením

Pokud dojde k absorpci fotonu atomem, může dojít také k jeho ionizaci. V tomto případě nazýváme proces ionizace *fotoionizací*. K fotoionizaci dochází, pokud energie fotonu $h\nu$ absorbovaného atomem převyšuje hodnotu ionizačního potenciálu, tedy

$$h\nu > E_{nl}^i.$$

Indexy n a l značí hlavní kvantové číslo a orbitální kvantové číslo atomu.

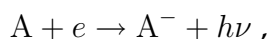
2.2.2 TYPY IONTŮ

Pokud je při procesu ionizace navázán elektron k elektricky neutrálnímu atomu, vznikne elektricky záporně nabitá částice. Tato částice se nazývá *záporný iont*. Ztratí-li elektricky neutrální atom jeden či více elektronů, stane se z něho *kladný iont*.

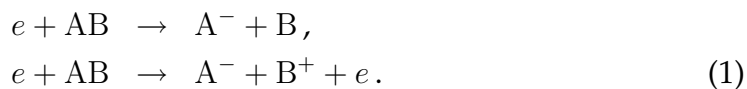
Energii, která se uvolní při spojení elektronu s atomem, nazýváme *elektronová afinita*. Jedná se o důležitou charakteristiku záporných iontů. Její velikost se liší u každého prvku a je dána jeho umístěním v periodické soustavě. Největší elektronovu afinitu mají záporné ionty halogenů a vzácných plynů, tedy pravá část periodické tabulky. Naopak nejmenší elektronovou afinitou disponují záporné ionty alkalických kovů, které se nacházejí v levé části periodické tabulky prvků.

Hodnotu elektronové afinity prvku lze určit experimentálně např. z fotoionizačního absorpčního spektra záporných iontů, nebo metodou povrchové ionizace.

Záporné ionty lze vytvořit několika způsoby. Příkladem může být jev, kdy se volný elektron připojí k neutrálnímu atomu. Přbytek energie atom odevdá ve formě záření. Proces lze zapsat rovnicí



kde A je neutrální atom, e je elektron a A^{-} je záporný iont. K vytvoření záporného iontu může dojít i při srážce elektronu s molekulou, kdy mohou nastat reakce

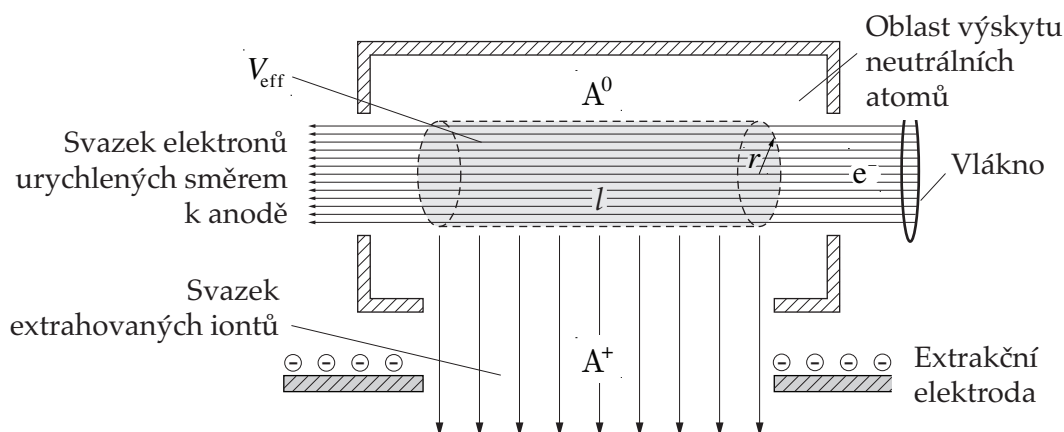


Ve vztahu (1) vystupují jako produkty srážky elektronu s molekulou také kladný iont B^{+} a záporný iont A^{-} .

2.2.3 POPIS IONTOVÝCH ZDROJŮ

Iontové zdroje jsou často složeny ze žhaveného vlákna, ze kterého jsou emitovány termoemisní elektrony. Vhodně polohovaná anoda vytváří proud urychlených elektronů, procházející přes ionizační prostor zdroje, kde dochází k elektronově srážkové ionizaci atomů (viz *obrázek 6*).

Takto ionizované atomy či molekuly jsou pak urychleny polem extrakční elektrody směrem na vzorek.



Obrázek 6: Schéma ionizačního prostoru elektronově srážkového iontového zdroje [1].

Pokud jsou všechny vytvořené ionty z efektivního objemu V_{eff} extrahovány, můžeme vypočítat proud iontů podle vztahu

$$I_i = I_e \cdot V_{\text{eff}} \cdot n_a \cdot \sigma_i,$$

kde I_e je hustota elektronového proudu, V_{eff} je efektivní objem, ve kterém dochází k ionizaci, n_a je počet částic ionizovaných za jednotku času a σ_i je ionizační průřez. Počet ionizovaných atomů nebo molekul za jednotku času lze vyjádřit pomocí tlaku a teploty plynu v ionizačním objemu podle vztahu

$$n_a = \frac{p}{kT},$$

kde k je Boltzmannova konstanta, teplota T je udávána v jednotkách kelvinů a tlak p je dán v jednotkách pascalů.

Efektivní ionizační objem V_{eff} je oblast iontového zdroje, kde dochází k ionizaci atomů nebo molekul. S pomocí obrázku 6 lze tento objem vypočítat podle vztahu

$$V_{\text{eff}} = \pi r^2 l.$$

Vystupující svazek iontů lze tvarovat pomocí elektrických nebo magnetických čoček do optimálního svazku.

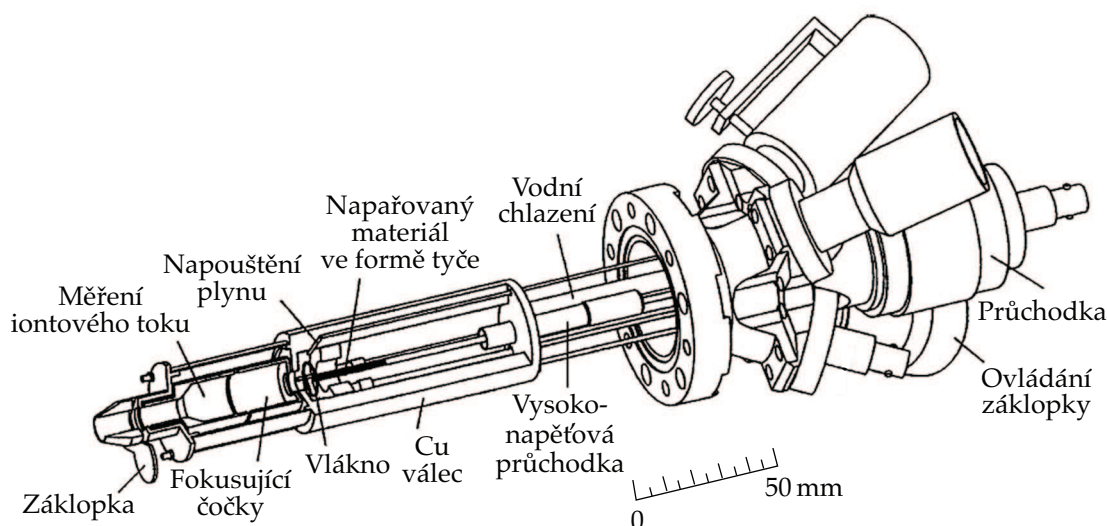
Iontové zdroje založené na principu elektronově srážkové ionizace se často využívají při experimentech, kde je potřeba iontové svazky o nízkých intenzitách. Tento typ zdrojů nachází využití například v hmotnostní spektrometrii.

Iontové zdroje určené pro přípravu a depozici ultratenkých vrstev jsou vybaveny jehlovým ventilem, s jehož pomocí lze do pracovní části zdroje napouštět plyn určený k ionizaci. Energie elektronů nabývají hodnot ~ 100 eV, vzniklé ionty jsou pak urychlovány extrakčním napětím ~ 2 kV.

Iontové zdroje se často používají v kombinaci se zdroji atomárními (viz následující kapitola).

2.3 IONTOVĚ-ATOMÁRNÍ ZDROJE

Iontově-atomární (I-A) zdroje kombinují atomární a iontové zdroje. Důležitou součástí zdroje je kalíšek (zásobník materiálu) vypařovaných atomů, které následně proudí přes ionizační prostor zdroje, kde je neutrální svazek částečně ionizován v důsledku elektronové srážkové ionizace. Vytvořené ionty jsou extrahovány elektrickým potenciálem elektrody směrem na vzorek.



Obrázek 7: Schéma iontově-atomárního zdroje určeného pro tvorbu ultratenkých vrstev s využitím technologie IBAD – MBE. Převzato z [2].

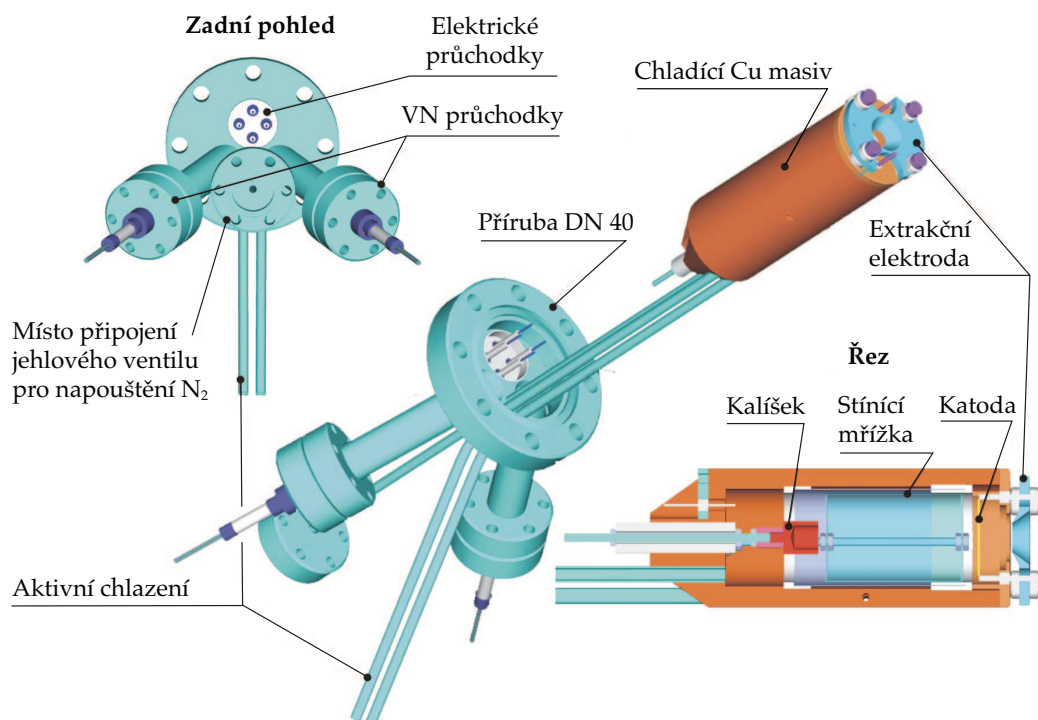
Současně může být do pracovního prostoru iontově-atomárního zdroje napouštěn plyn určený k částečné ionizaci. Molekuly plynu lze užít např. k růstu vrstvy, změně růstového módu nebo syntéze (GaN).

Na obrázku 7 je náčrt iontově-atomárního zdroje určeného k přípravě ultratenkých vrstev s využitím technologie IBAD – MBE (princip popsán v kapitole 1.1). Napařovaný materiál je ohříván dopadem termoemisních elektronů ze žhaveného wolframového vlákna. Typická energie iontů se pohybuje v rozsahu 700 až 2500 eV [2].

Obdobný typ zdroje, navržený Ing. Jindřichem Machem, Ph.D. v rámci jeho disertační práce, je používán v laboratoři tenkých vrstev Ústavu fyzikálního inženýrství v Brně. Energie iontů 30 až 100 eV.

Jedná se o zařízení složené z katody, kalíšku, ionizační mřížky a extrakční elektrody. K procesu ionizace dochází vlivem srážek atomů či molekul s elektrony vytaženými termoemisí z katody. Ta je zhotovena z tenkého wolframového vlákna o průměru 0,15 mm.

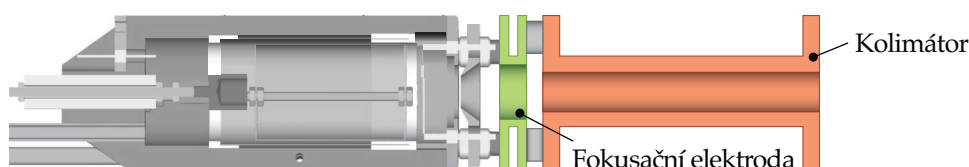
Ionizační mřížka vytváří v pracovní části zdroje konstantní potenciálové pole. Napětí mezi mřížkou a katodou urychluje elektrony do prostoru válcové



Obrázek 8: Původní 3D model iontově-atomárního zdroje užívaného v experimentech. Se svolením Ing. Jindřicha Macha, Ph.D.

mřížky, kde dochází k ionizaci neutrálních atomů vypařeného materiálu a napouštěného plynu. Prošlé elektrony zároveň ohřívají kalíšek.

K extrakci vzniklých kladných iontů z prostoru zdroje slouží extrakční elektroda, na kterou je přivedeno záporné napětí ($U_{\text{ex}} \sim -100 \text{ V}$). Tvar této elektrody do značné míry ovlivňuje rozložení výstupního svazku. Tělo zdroje je vyrobeno z mědi o vysoké čistotě a aktivně chlazeno vodou z důvodu odvádění přebytečného tepla. V nedávné době byla ke zdroji připojena iontová optika, kterou tvoří dvě válcové elektrody – fokusační elektroda a kolimátor (schéma na obrázku 9). Nastavením vhodné kombinace napětí na elektrodách lze ovlivnit profil a proudovou hustotu vystupujícího iontového svazku.



Obrázek 9: Schéma nové iontové optiky zdroje, složené z fokusační elektrody a kolimátoru.

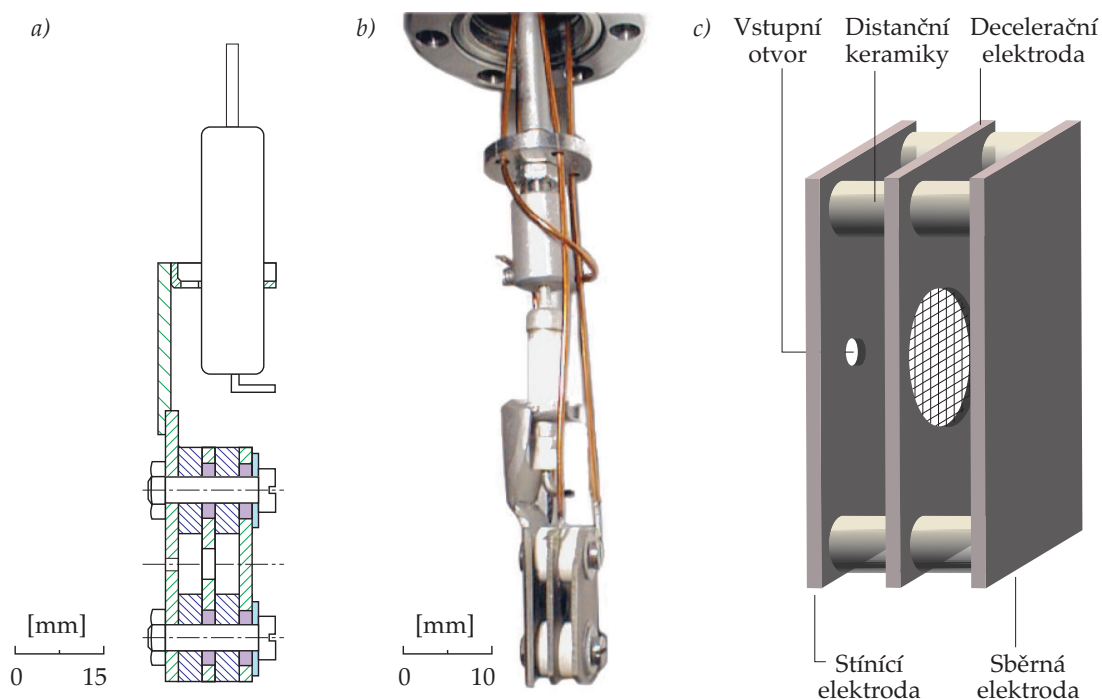
3 DETEKCE IONTOVÝCH A ATOMÁRNÍCH SVAZKŮ

Nejen pro ověření správnosti teoretických předpokladů je nutné iontové a atomární svazky určitým způsobem detekovat. Za tímto účelem bylo vytvořeno několik typů detektorů elektricky nabitých nebo neutrálních částic.

3.1 FARADAYOVA SONDA

K detekci elektricky nabitých částic slouží například Faradayova sonda (obrázek 10 b), využívaná v laboratoři tenkých vrstev Ústavu fyzikálního inženýrství v Brně.

Jedná se o zařízení složené ze tří elektrod – stínící, decelerační a sběrné. Tyto tři elektrody jsou od sebe navzájem izolovány pomocí distančních keramik (obrázek 10 c).



Obrázek 10: a) Schéma Faradayovy sondy pro měření iontových profilů, b) fotografie kompletní sondy připravené k instalaci do UHV komory (se svolením Ing. Stanislava Voborného, Ph.D.), c) zjednodušený 3D model tří elektrod.

Část svazku nabitých částic prochází kruhovým otvorem stínicí elektrody o průměru $r = 1,6$ mm. Poté prochází otvorem v decelerační elektrodě. Otvor je vybaven jemnou mřížkou, za kterou prošlý svazek dopadá na povrch sběrné elektrody, kde je zaznamenán elektrický proud mezi touto elektrodou a zemí. Propojení je realizováno pomocí speciálního vodiče a UHV elektrické průchodky. Aktuální hodnota elektrického proudu je vně UHV komory zobrazena velmi citlivým nanoampérmetrem Keithley.

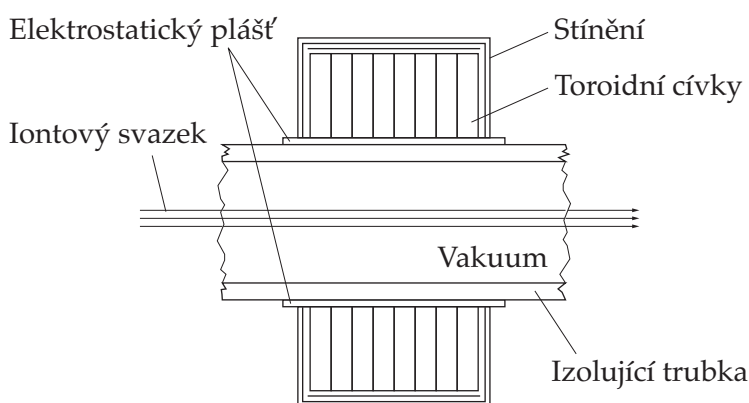
Kladné ionty dopadající na povrch sběrné elektrody mohou z jejího povrchu vyrazit sekundární elektrony. Ty mohou dopadnout mimo sběrnou elektrodu a vznikne tak nežádoucí příspěvek k registrovanému proudu. Tomuto nežádoucímu efektu lze zamezit, pokud se na decelerační elektrodu přivede slabé záporné napětí několika jednotek voltů. Elektrony emitované ze sběrné elektrody jsou tímto polem následně urychleny zpět na elektrodu.

Faradayovu sondu lze využít například k měření profilu iontového svazku nebo energie iontů. Pro tyto účely je sonda připevněna ke konci posuvného manipulátoru s jehož pomocí lze měnit polohu sondy v jedné ose.

3.2 ELEKTROMAGNETICKÉ DETEKTORY

Počet iontů v iontovém svazku je možné určit měřením pomocí elektromagnetických nebo elektrostatických detektorů.

Elektromagnetický detektor funguje na principu transformátoru. Iontový svazek působí jako primární cívka s jedním závitem, zatímco sekundární cívka má závitů mnoho. Jak je znázorněno na *obrázku 11*, iontový proud procházející cívkou v ní indukuje sekundární elektrický proud. Ten je zesilován nízkoodporovým zesilovačem a měřen pomocí připojeného ampérmetru.



Obrázek 11: Schéma elektromagnetického detektoru používaného k detekci iontového svazku. Převzato z [1].

3.3 KALORIMETRICKÁ METODA

Kalorimetrická metoda se osvědčila jako velice užitečná při měření atomárních nebo iontových svazků.

Principem této metody je měření přírůstku teploty terče, který je ostřelován svazkem částic. Částice dopadající na povrch terče předávají svoji kinetickou energii povrchovým atomům, což se projevuje růstem teploty terče.

Budeme předpokládat, že při dopadu je celková energie detekované částice přeměněna v teplo. Teplo vytvořené počtem dopadajících částic n o energii $1/2mv^2 = eV$ za jednotku času je dáno vztahem

$$Q = n \cdot eV. \quad (2)$$

Jestliže známe tepelnou kapacitu c terče a změnu teploty terče Δt měřenou za čas τ , lze pomocí vztahu (2) a rovnosti $1 \text{ eV} = 3,827 \cdot 10^{-20} \text{ cal}$ určit proud svazku z rovnosti

$$Q = n \cdot eV \cdot \tau = c \cdot \Delta t \cdot \tau.$$

Terč kalorimetru je obvykle vyroben z mědi. Jeho teplota je měřena termočlánkem, který je k terči připojen tenkostěnnou, tepelně vodivou trubicí.

3.4 DETEKCE FLUORESCENČNÍM TERČEM

Ke studiu tvaru iontového svazku se často používají terče potažené fluorescenčním nebo luminiscenčním materiálem. K tomuto účelu se používá ZnS nebo MgWO_4 .

Iontový svazek dopadající na fluorescenční povrch vyvolává emisi fotonů elektromagnetického záření ve viditelné oblasti elektromagnetického spektra. Na terči, resp. stínítku, se tak objeví oblast světelných bodů o tvaru a intenzitě odpovídající příčnému průřezu iontového svazku.

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

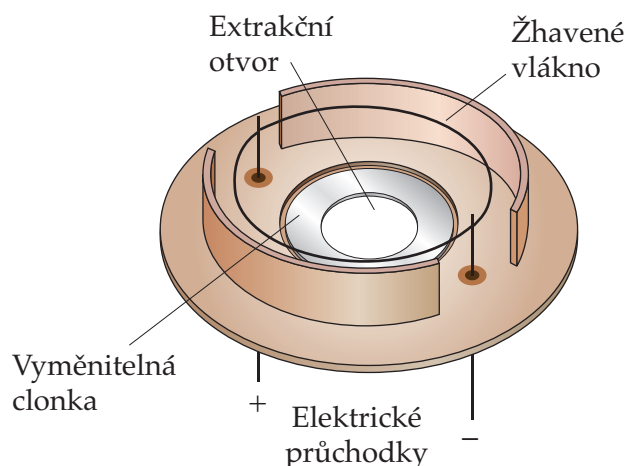
Iontově-atomární zdroj používaný v laboratoři tenkých vrstev ÚFI (popsán v odstavci 2.3) je primárně určen k depozici nitridu gallia na křemíkový substrát. Vzhledem k nově zhotovené optické soustavě zdroje bylo pro jeho optimální funkčnost potřeba najít nové vhodné kombinace napětí na elektrodách. Cílem bylo především získat co největší proudovou hustotu svazku iontů dusíku (N_2^+ , N^+) při dopadu na vzorek.

4.1 MĚŘENÍ PROFILU IONTOVÉHO SVAZKU

Jako základní parametr iontově-atomárního zdroje lze považovat proudový profil iontového svazku. Pro jeho studium byla využita UHV komora, kde byl zdroj instalován. Vzhledem k našim experimentálním účelům a také z důvodu orientace zdroje nebyl kalíšek zdroje naplněn materiálem určeným k depozici a zdroj sloužil pouze k formování iontového svazku.

K tvorbě iontů byl použit plyn N_2 o čistotě 99,9999 %, který se do prostoru zdroje napouštěl přes připojený jehlový ventil. Ten umožňuje jemnou regulaci množství napouštěného plynu. Žhavicí vlákno bylo vyrobeno z thoriovaného wolframového vlákna o průměru $d = 0,15$ mm a pomocí bodového sváření připojeno k elektrickým průchodkám uvnitř zdroje (obrázek 12). Žhavicí proud nabýval maximální hodnoty $I_v = 5,8$ A, aby nedošlo k přepálení vlákna.

Tlaku přibližně $p = 2 \cdot 10^{-6}$ Pa bylo v UHV komoře dosaženo dvoustupňovým čerpáním pomocí turbomolekulární vývěvy *Edwards* a rotační vývěvy

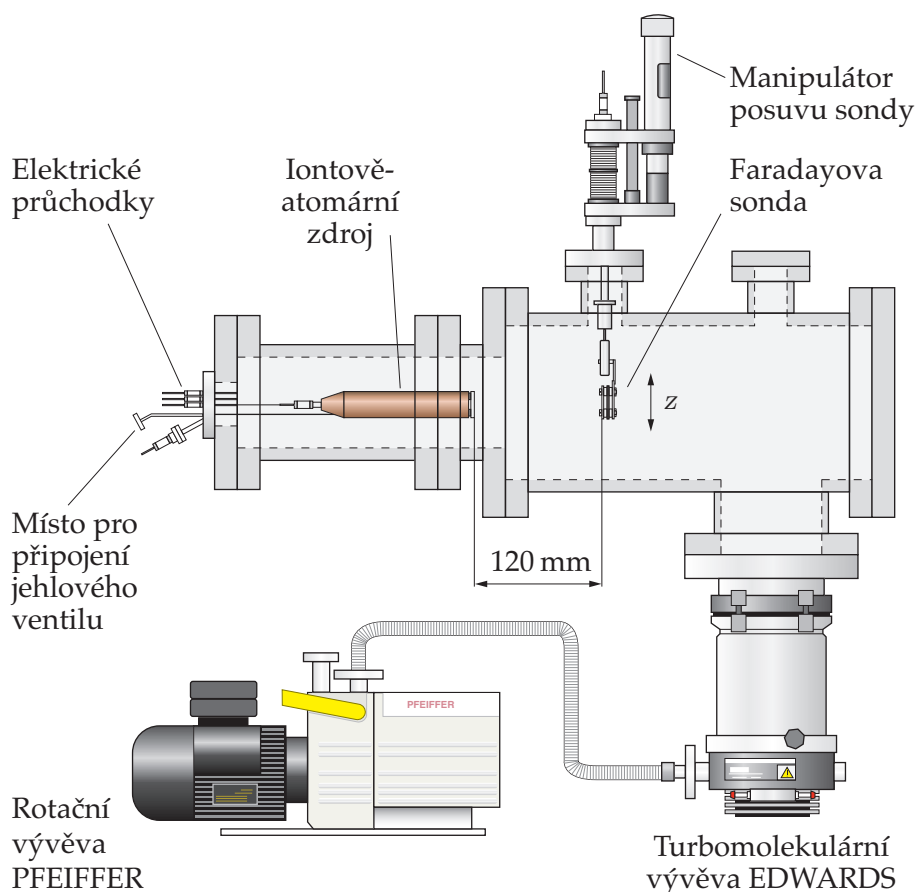


Obrázek 12: 3D model měděného víčka iontově-atomárního zdroje s thoriovaným wolframovým vláknem a vyměnitelnou kruhovou clonkou.

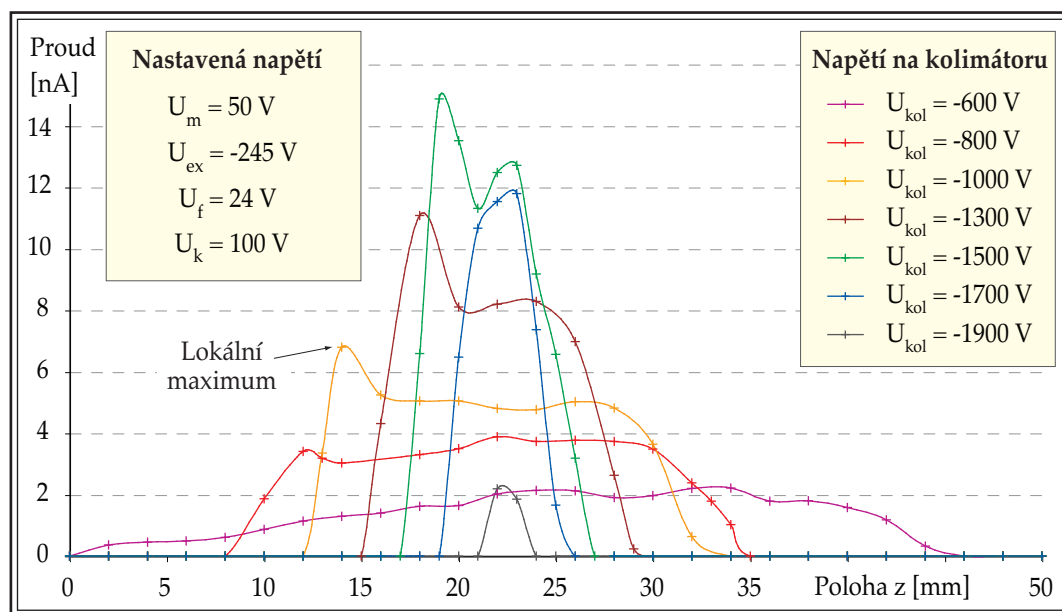
značky *Pfeiffer*. Po rozčerpání bylo žhavením vlákno zdroje odplyněno z důvodu množství naadsorbovaných nečistot na jeho povrchu. Do komory byl poté napuštěn pracovní plyn N_2 na přibližnou hodnotu tlaku v UHV komoře $p_{N_2} = 8,6 \cdot 10^{-5}$ Pa.

Vlákno bylo žhaveno konstantním proudem $I_v = 5,6$ A. Na ionizační mřížku bylo přivedeno napětí $U_m = 50$ V, na kalíšek $U_k = 100$ V. Extrakční elektroda byla připojena na dříve experimentálně ověřené [9] napětí $U_{ex} = -245$ V, při kterém byla získána nejvyšší proudová hustota iontů. Taktéž napětí na fokusační elektrodě bylo nastaveno na hodnotu $U_f = 24$ V.

Profil svazku byl měřen pomocí detekce iontového proudu na sběrné elektrodě Faradayovy sondy, která umožňovala vertikální pohyb v ose z v rozsahu padesáti milimetrů (viz *obrázek 13*). Detekovaný iontový proud, který se pohyboval v řádu jednotek nanoampérů, byl měřen pomocí citlivého nanoampérmetru *Keithley*. Bylo provedeno sedm měření pro napětí na kolimátoru v rozsahu od $U_{kol} = -600$ V do $U_{kol} = -1900$ V.

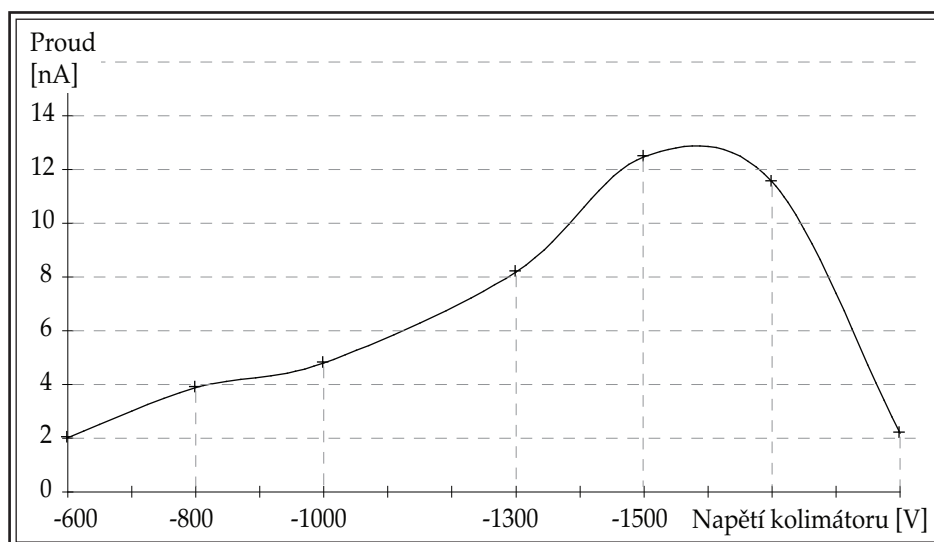


Obrázek 13: Schéma experimentální vakuové komory určené k měření proudového profilu iontového svazku.

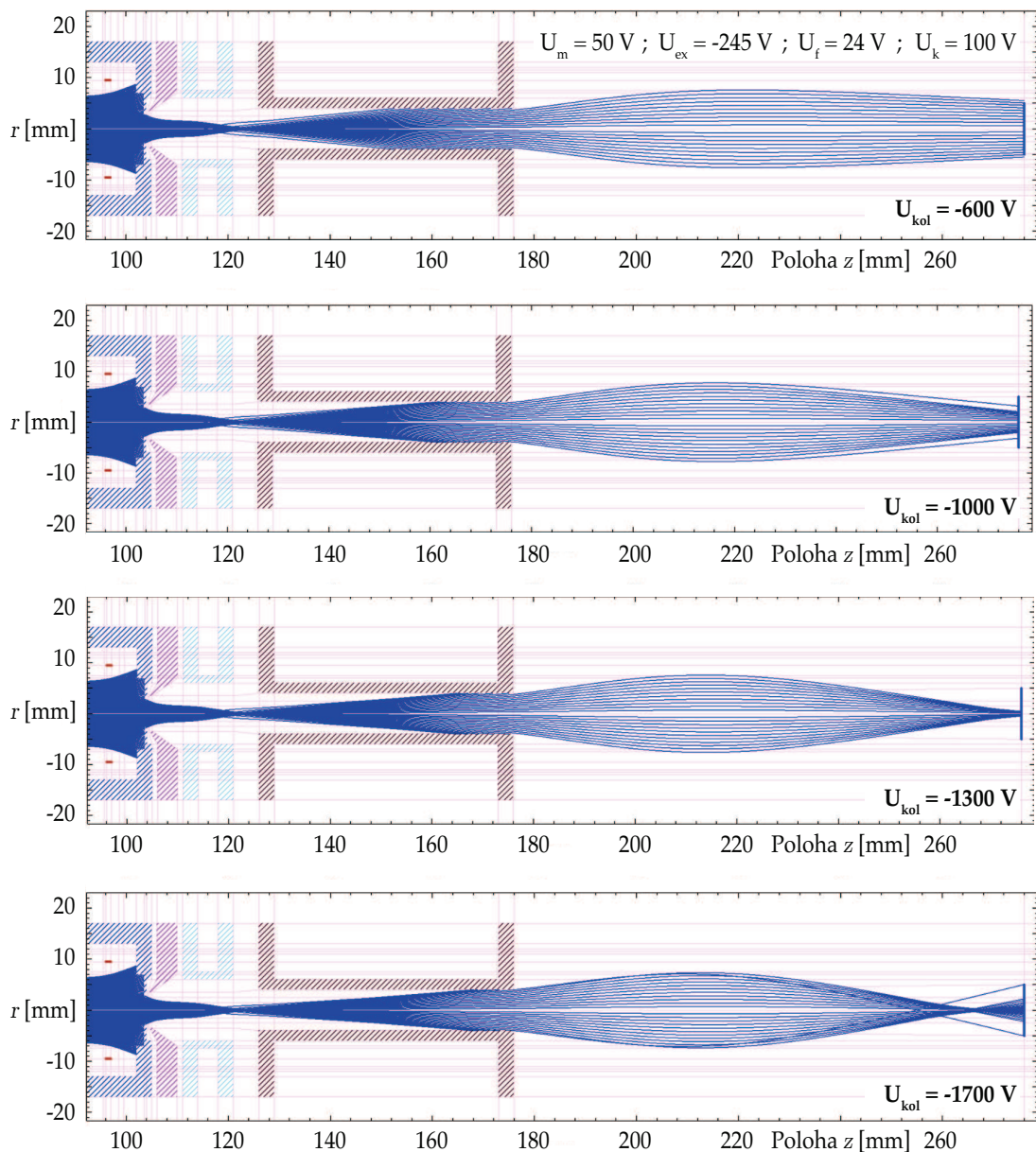


Obrázek 14: Proudové profily iontového svazku pro různé velikosti napětí U_{kol} na kolimátoru. Křivky prokládající naměřené hodnoty jsou vykresleny pouze pro vedení oka.

Výsledky měření jsou zobrazeny na obrázku 14, nejvyšší proud iontového svazku byl naměřen pro napětí na kolimátoru $U_{kol} = -1500 \text{ V}$. Za povšimnutí stojí lokální maxima v levé části křivek, např. pro hodnotu $U_{kol} = -1000 \text{ V}$ je maximum situováno v poloze $z = 14 \text{ mm}$. Zřejmě se jedná o vliv záklopky zdroje, která ovlivňuje pole v oblasti výstupu iontů.



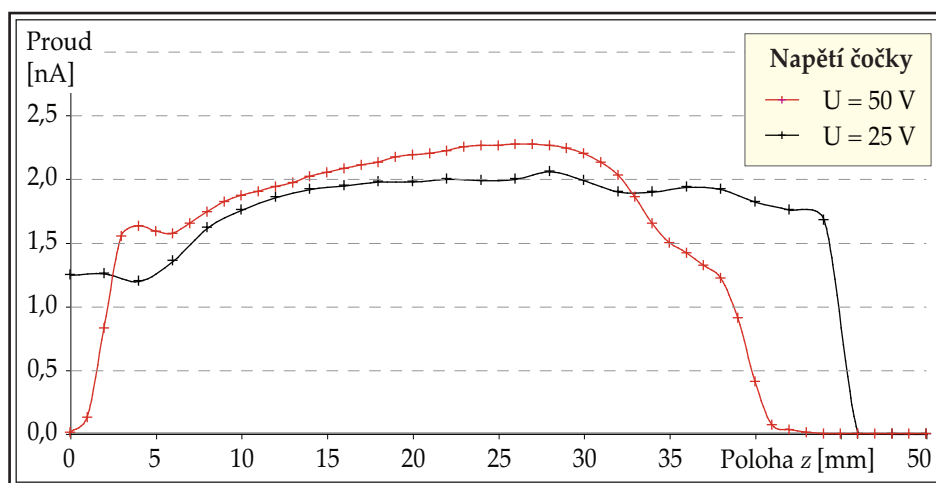
Obrázek 15: Graf závislosti detekovaného iontového proudu na velikosti napětí na kolimátoru U_{kol} pro pozici sondy $z = 22 \text{ mm}$. Křivka je vykreslena pouze pro vedení oka.



Obrázek 16: Výsledky trasování iontů v iontově atomárním zdroji pro různá napětí kolimátoru. Model byl vytvořen v programu EOD se svolením Ing. Jakuba Zlámala, Ph.D.

Až do napětí na kolimátoru $U_{kol} = -1500$ V hodnota detekovaného proudu rostla a docházelo k lepší fokusaci iontového svazku. Při vyšších hodnotách U_{kol} již došlo k poklesu iontového proudu, jak ukazuje graf na obrázku 15.

V rámci studia trajektorie iontů v prostoru i vně iontově-atomárního zdroje bylo se svolením Ing. Jakuba Zlámala Ph.D. pomocí programu EOD [10] provedeno několik simulací trajektorie ionizovaných dusíkových molekul N_2^+ . Na obrázku 16 jsou vykresleny trajektorie padesáti iontů pro čtyři různá napětí kolimátoru. Tendence zužování svazku je při rostoucím záporném napětí koli-



Obrázek 17: Profily svazku při rozdílných hodnotách napětí fokusační elektrody.

mátoru patrná. Od hodnoty $U_{\text{kol}} = -1300 \text{ V}$ dále již dochází ke křížení svazku, což přibližně odpovídá experimentálním výsledkům.

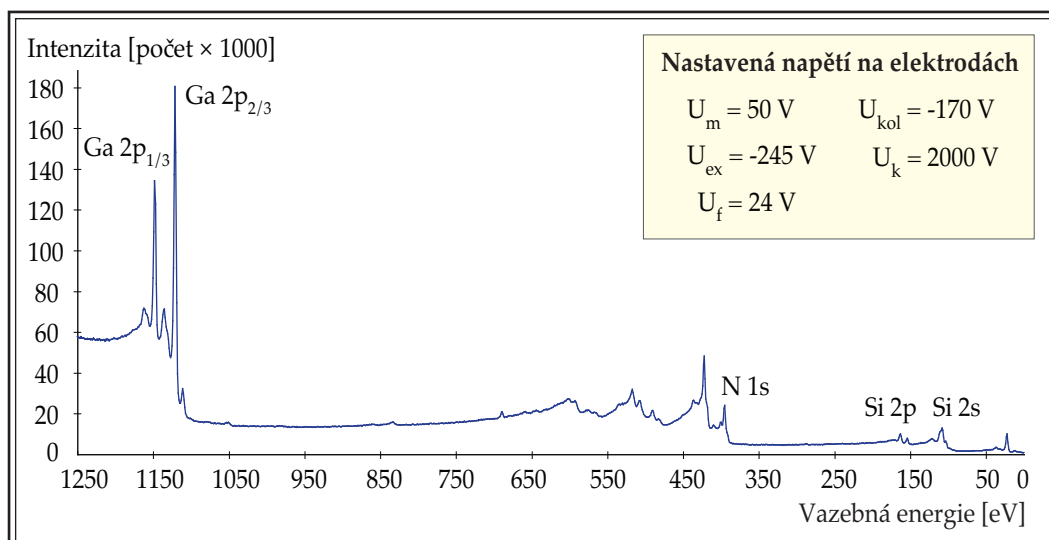
Při měření vlivu fokusační elektrody na profil svazku bylo zjištěno, že tato elektroda ovlivňuje iontový svazek velmi málo (obrázek 17). Změna napětí na fokusační elektrodě z $U_f = 50 \text{ V}$ na $U_f = 25 \text{ V}$ ovlivnila proudovou hustotu svazku nevýrazně, proudový profil však byl poměrně zúžen. Na kolimátoru bylo nastaveno napětí $U_{\text{kol}} = -400 \text{ V}$ a na extrakční elektrodě $U_{\text{ex}} = -300 \text{ V}$. Ostatní hodnoty napětí a podmínky byly stejné jako v předcházejícím měření vlivu kolimátoru.

Významný vliv na tvar proudového profilu iontového svazku má tedy kolimátor – ve srovnání s fokusační elektrodou má větší plochu a byly na něj přiváděny výrazně vyšší hodnoty napětí než na fokusační elektrodu. Výrazně také ovlivňuje potenciálové pole v oblasti výstupu zdroje.

4.2 DEPOZICE GaN

V předchozím odstavci byly zjištěny hodnoty napětí elektrod, při kterých bylo dosaženo velké proudové hustoty iontového svazku. Proto byla provedena depozice GaN pro hodnoty napětí užívané před měřením profilů svazku a poté depozice pro nové zjištěné hodnoty.

Depozice GaN byla provedena ve vakuové komoře při základním tlaku $p_B = 3 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}$ na dva vzorky Si(111) δ H. Jedná se o povrch terminovaný atomy vodíku. Každý vzorek byl před umístěním na nosnou paletku ponořen na 2 min do 2% roztoku kyseliny fluorovodíkové (HF). Na křemíkový povrch



Obrázek 18: Spektrum GaN vzorku na Si(111)δH získané pomocí metody XPS pro původní nastavení hodnot napětí na elektrodách.

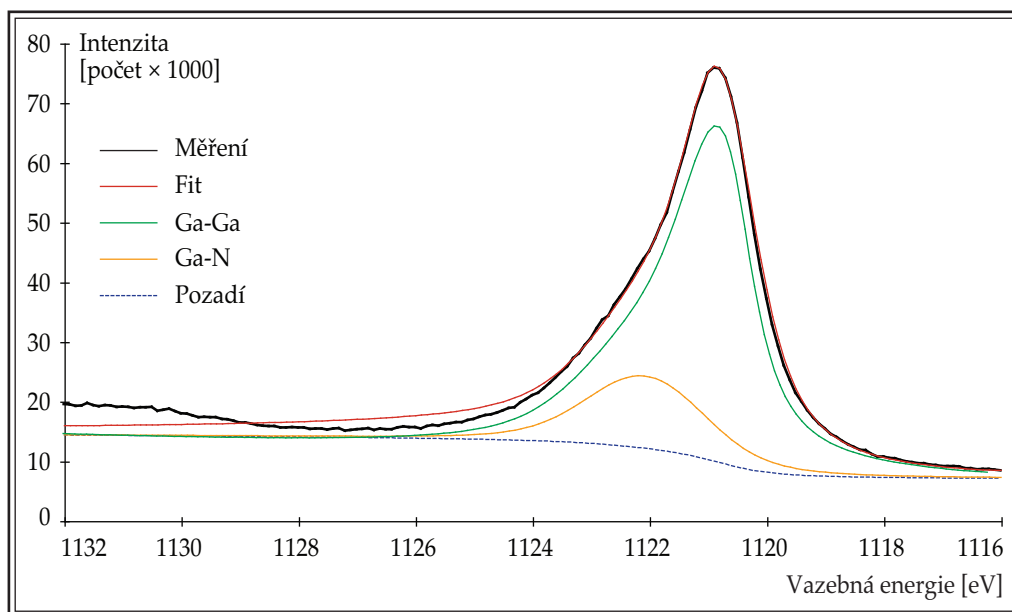
navázané vodíkové atomy zabraňují oxidaci povrchu před umístěním vzorku do UHV prostředí.

Kalíšek iontově-atomárního zdroje byl naplněn galliem, do prostoru zdroje byl napouštěn pracovní plyn N_2 . Na kalíšek bylo přivedeno napětí $U_k = 2 \text{ kV}$, na ionizační mřížku $U_m = 50 \text{ V}$. Žhavicím vláknem protékal maximální proud $I_v = 5,6 \text{ A}$, napětí extrakční elektrody bylo $U_{ex} = -245 \text{ V}$. Na fokusační elektrodu bylo přivedeno napětí $U_f = 24 \text{ V}$, na kolimátor potom $U_{kol} = -170 \text{ V}$. Depozice probíhala dvě hodiny za tlaku v komoře $p_{N_2} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}$.

Depozice druhého vzorku proběhla při napětí $U_{kol} = -1300 \text{ V}$, vláknem protékal proud $I_v = 5,4 \text{ A}$ a tlak v komoře byl $p_{N_2} = 4,3 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}$. Ostatní parametry byly stejné jako při předchozí depozici.

Pro vyhodnocení byly vzorky po skončení depozice analyzovány užitím rentgenové fotoelektronové spektroskopie (XPS, angl. *X-Ray Photoelectron Spectroscopy*). Analýza byla provedena pro vazebné energie v rozsahu (0–1200) eV. Spektrum prvního připraveného vzorku spolu s vyznačenými prvky deponované vrstvy je vykresleno na *obrázku 18*. Určení procentuálního zastoupení vazeb Ga-Ga a Ga-N bylo provedeno fitováním detailu spektra v rozmezí vazebné energie 1116 eV až 1132 eV (jedná se o pík Ga $2p_{3/2}$) v programu *Unifit* [11]. Ukázka fitování je na *obrázku 19*. Pomocí plochy píku Ga $2p_{3/2}$ a plochy píku Si 2s bylo poté možno určit poměr Ga/Si na vzorku. Tato hodnota částečně naznačuje pokrytí křemíkového vzorku GaN.

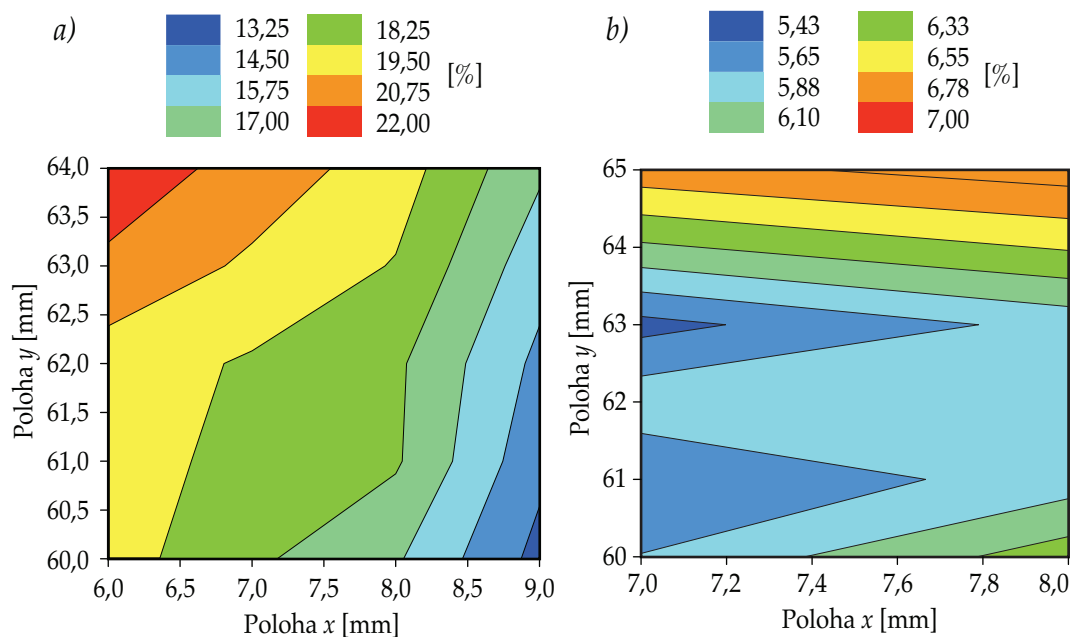
Pro získání představy rozložení GaN na vzorcích bylo provedeno měření XPS pro více pozic na vzorcích. Výše uvedené zpracování spekter umožnilo vykreslit plošnou konturovou mapu rozložení GaN na vzorcích. Na *obrázku 20 a)* je zobrazena mapa zastoupení vazby Ga-N ve vrstvě prvního deponovaného



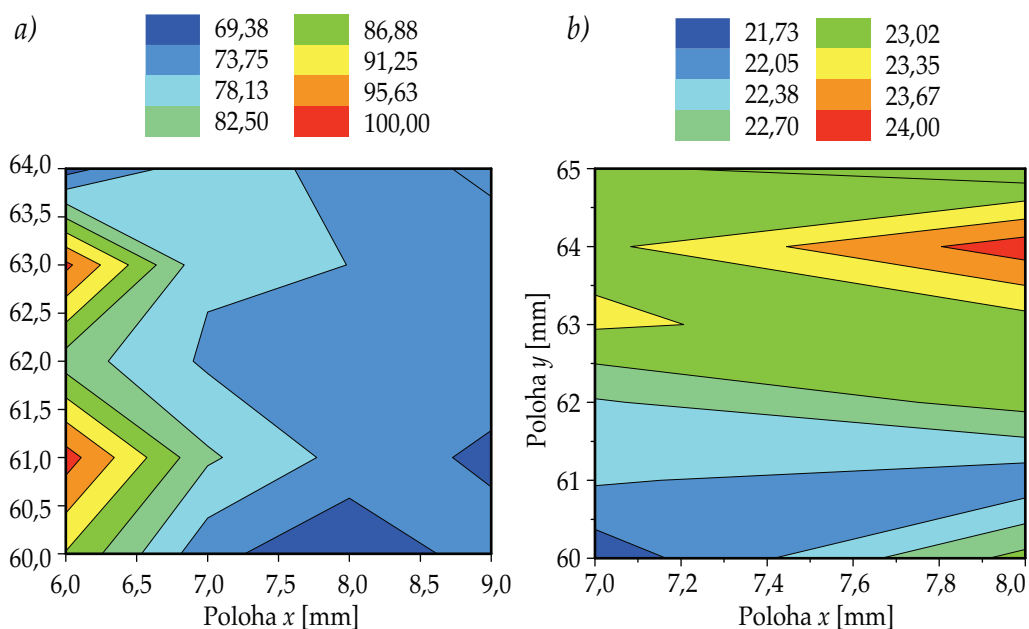
Obrázek 19: Ukázka fitování píku Ga 2p_{3/2} v programu Unifit pro určení procentuálního zastoupení vazeb Ga-Ga a Ga-N.

vzorku při původních hodnotách napětí elektrod. Mapa Ga-N vazby druhého vzorku, který byl deponován při novém nastavení napětí elektrod, je zobrazena na *obrázku 20 b*). Při bližším srovnání obou vzorků je zřejmé, že deponovaná vrstva na prvním vzorku obsahuje vyšší procentuální zastoupení vazby Ga-N než vrstva na vzorku druhém. Při depozici druhého vzorku, kdy byly použity nové hodnoty napětí na elektrodách iontové optiky ($U_{\text{kol}} = -1300$ V), docházelo k pravidelnému poklesu iontového proudu na vzorku. Napětí na kolimátoru tak bylo v pravidelných intervalech přerušováno, aby došlo k obnovení intenzity iontového proudu. Pokles byl pravděpodobně zapříčiněn nežádoucím nabíjením některé z částí nosné paletky, na které byl vzorek umístěn. K úvaze přicházejí distanční keramiky, které byly zhotoveny z nevodivého materiálu. Docházelo tak zřejmě k jejich nabíjení a následně k odklánění iontového svazku mimo plochu vzorku. Tento nežádoucí proces zřejmě zapříčinil nižší množství nadeponovaného GaN na druhém vzorku. Při napětí na kolimátoru $U_{\text{kol}} = -1000$ V již k pravidelnému poklesu proudu nedocházelo. To lze vysvětlit pomalým odváděním náboje z povrchu keramik při vyšších intenzitách iontového svazku. Pro ověření správnosti uvedeného vysvětlení bude v blízké době nutné provést depozice GaN pro nižší napětí na kolimátoru než $U_{\text{kol}} = -1300$ V a opětovně vyhodnotit XPS spektra deponovaných vrstev.

Na *obrázku 21* jsou vykresleny mapy poměrů ploch píků Ga 2p_{3/2} ku Si 2s pro tytéž dva vzorky. Při jejich srovnání je zřejmé, že vrstva prvního vzorku obsahuje větší množství nadeponovaného gallia než vrstva na vzorku druhém.



Obrázek 20: Konturová mapa procentuálního zastoupení vazby Ga-N ve vrstvě a) prvního deponovaného vzorku, b) druhého deponovaného vzorku. Uvedené polohy jsou vztaženy k posuvnému zařízení XPS.

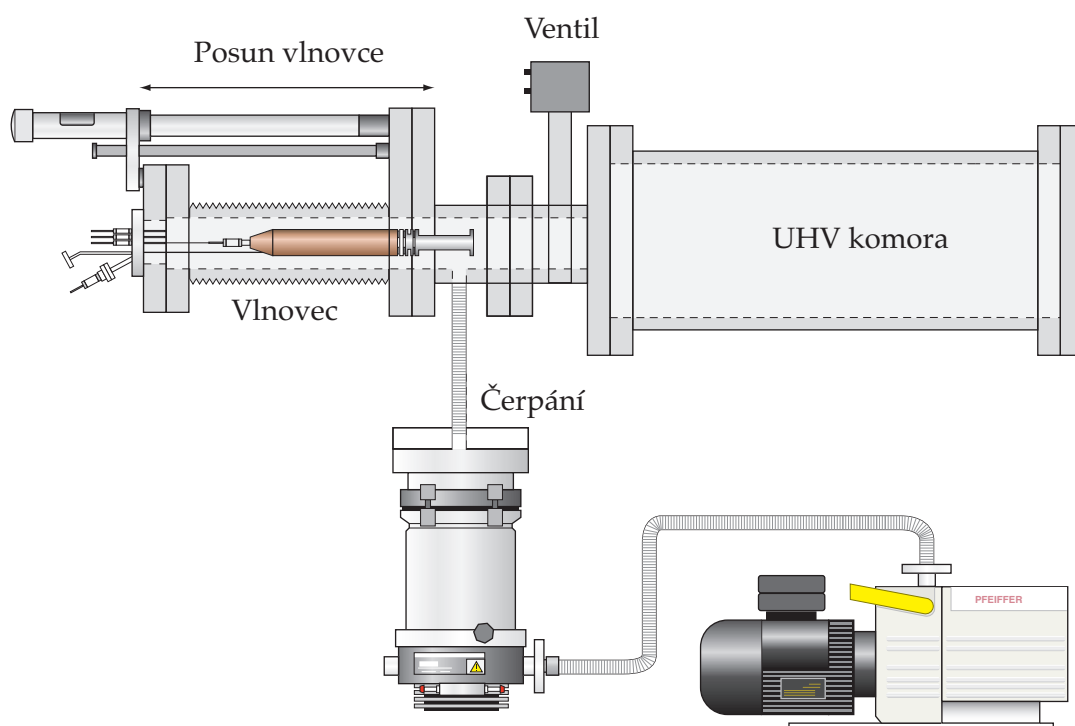


Obrázek 21: Konturová mapa poměrů ploch píků Ga 2p_{3/2} ku Si 2s a) pro první deponovaný vzorek, b) pro vzorek deponovaný při nových hodnotách napětí kolimátoru.

4.3 STUDIE POSUVU PRO VÝMĚNU I-A ZDROJE

Při vyvoji I-A zdroje byla nutná modifikace nastavení zdroje, např. nastavení elektrod, pozice žhavicího vlákna, volba vhodné výstupní clony. Přenastavení vyžaduje časově náročný proces dosažení UHV podmínek.

V rámci optimalizace iontově-atomárního zdroje byla provedena rešeršní studie řešení, které by eliminovalo zavzdušnění celé UHV komory při instalaci a demontáži zdroje. Jedná se o posuvnou konstrukci složenou z vlnovce, čerpací části a ventilu. Pohyblivý vlnovec je s čerpací částí připojen k ventilu UHV komory. Jakmile je čerpáním vlnovce srovnán tlak mezi UHV komorou a manipulačním prostorem iontově-atomárního zdroje, ventil je otevřen a zdroj je možné vsunout do prostoru UHV komory. Limitačním parametrem posuvu je maximální délka vlnovce v nataženém stavu. Model posuvu je vykreslen na obrázku 22.



Obrázek 22: Možné řešení posuvu iontově-atomárního zdroje pro rychlou instalaci a demontáž z vakuové komory.

ZÁVĚR

Cílem bakalářské práce bylo provést optimalizaci iontově-atomárního zdroje, který byl zkonstruován v laboratoři tenkých vrstev Ústavu fyzikálního inženýrství v Brně. Pozornost byla věnována především nové iontové optice zdroje a nastavení vhodných napětí pro dosažení největší proudové hustoty iontového svazku při depozici GaN.

Experimentální částí předcházelo seznámení s procesem přípravy ultra-tenkých vrstev s využitím nanášecích technik (kapitola 1). V další kapitole je popsán princip a využití iontových a atomárních zdrojů, jakož i proces a typy ionizace neutrálních částic.

Kapitola 3 popisuje způsoby detekce iontových a atomárních svazků a princip Faradayovy sondy, která byla užita při měření proudového profilu svazku iontů.

Experimentální část se věnuje měření jednoho ze základních parametrů iontově-atomárního zdroje – proudového profilu iontového svazku. Byly proměřeny proudové profily svazku pro dříve užívané hodnoty napětí na elektrodách a pro nové kombinace napětí v rámci přidané iontové optiky zdroje. Pro ověření byla provedena simulace trasování iontů uvnitř i vně iontově-atomárního zdroje, která potvrdila velký vliv kolimátoru na proudovou hustotu a profil iontového svazku.

Byla provedena depozice GaN pro původní a nové hodnoty napětí elektrod. Vyhodnocení deponovaných vzorků bylo uskutečněno analýzou rentgenové fotoelektronové spektroskopie (XPS). Pomocí XPS bylo provedeno určení procentuálního zastoupení GaN vazeb ve vrstvě a určení poměrů ploch píků Ga $2p_{3/2}$ ku Si 2s. Při nových hodnotách napětí elektrod bylo na vzorku menší zastoupení vazby GaN a také poměr ploch píků Ga $2p_{3/2}$ ku Si 2s byl u nových parametrů elektrod nižší.

Pro rychlou instalaci a demontáž iontově-atomárního zdroje do UHV prostředí byla provedena řešeršní studie. Navržený mechanismus posuvu zdroje tak eliminuje potřebu zavzdušnění prostoru UHV komory při instalaci a demontáži iontově-atomárního zdroje.

Reference

- [1] VÁLYI, L. *Atom and ion sources*. Budapest, Akadémiai Kiadó, 1989. ISBN 963-05-1113-4.
- [2] KIRSCHNER, J. – ENGELHARD, H. – HARTUNG, D. *An evaporation source for ion beam assisted deposition in ultrahigh vacuum*. Review of Scientific Instruments, 2002, vol. 73, No. 11.
- [3] MBE KOMPONENTEN, Dr. Eberl MBE-Komponenten GmbH – Components for MBE [online]. [cit. 2007-05-11].
URL: <http://www.mbe-components.com>.
- [4] Fyzikální ústav Akademie věd ČR, v. v. i. [online]. [cit. 2007-05-11].
URL: <http://www.fzu.cz/~hulicius/nobel2000.html>.
- [5] ENSINGER, W. *Ion sources for ion beam assisted thin-film deposition*. Review of Scientific Instruments, 1992, vol. 63, no. 11.
- [6] Matematicko-fyzikální fakulta, Katedra elektroniky a vakuové techniky, [online]. [cit. 2007-05-17].
URL: <http://oberon.troja.mff.cuni.cz/s4r/povrch/metody.html>.
- [7] CHO, A. Y. – ARTHUR, J. R. Jr. *Molecular beam epitaxy*. Progress in Solid State Chemistry, 1975, vol. 10, 157-192 s.
- [8] ASIF KHAN, M. *Metal semiconductor field effect transistor based on single crystal GaN*. Applied Physics Letters, 1993, vol. 62, 1786 s.
- [9] MACH, J. *Vývoj a aplikace UHV zařízení pro depozice tenkých vrstev (atomární a iontové svazkové systémy)*. [Dizertační práce]. Brno: VUT, FSI, 2009.
- [10] LENCOVÁ, B. – ZLÁMAL, J. *EOD, Electron Optical Design*. [Počítačový program]. Ver. 3.069.3. Licencováno 1999-2008 SPOC.
- [11] HESSE, R. – STREUBEL, P. – SZARGAN, R. *Improved accuracy of quantitative XPS analysis using predetermined spectrometer transmission functions with UNIFIT 2004*. Surface and Interface Analysis, 2005, vol. 37, 589-607 s.