



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky, informatiky
a mezioborových studií ■

Depozice a charakterizace gradientních tenkých vrstev pro optické pokrytí

Diplomová práce

M18000174

Studijní program: N3901 – Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: 3901T055 – Aplikované vědy v inženýrství
Autor práce: **Bc. Vít Kanclíř**
Vedoucí práce: RNDr. Karel Žídek, Ph.D.





Zadání diplomové práce

Depozice a charakterizace gradientních tenkých vrstev pro optické pokrytí

Jméno a příjmení: **Bc. Vít Kanclíř**
Osobní číslo: M18000174
Studijní program: N3901 Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Aplikované vědy v inženýrství
Zadávací katedra: Ústav nových technologií a aplikované informatiky
Akademický rok: **2019/2020**

Zásady pro vypracování:

1. Seznámení se s problematikou interference na tenkých vrstvách, včetně implementace maticového výpočtu pro klasické a gradientní interferenční optické pokrytí.
2. Depozice vrstev s proměnným indexem lomu metodami iontového naprašování a vakuového naprašování – studium vlivu koncentrace plynů a parametrů asistenčního iontového děla na vlastnosti vrstev.
3. Charakterizace optických vlastností gradientních vrstev za použití spektroskopie a elipsometrie.
4. Charakterizace morfologie gradientních vrstev pomocí interferometrie a mikroskopie.

Rozsah grafických prací:
Rozsah pracovní zprávy:
Forma zpracování práce:
Jazyk práce:

dle potřeby dokumentace
40-50 stran
tištěná/elektronická
Čeština



Seznam odborné literatury:

- [1] PIEGARI, Angela; FLORY, François (ed.). Optical thin films and coatings: From materials to applications. Woodhead Publishing, 2018.
- [2] STENZEL, Olaf, et al. Mixed oxide coatings for optics. Applied optics, 2011, 50.9: C69-C74.
- [3] MACLEOD, H. Angus; MACLEOD, H. Angus. Thin-film optical filters. CRC press, 2010.

Vedoucí práce:

RNDr. Karel Žídek, Ph.D.
TOPTEC, ÚFP Akademie Věd ČR, v.v.i.

Datum zadání práce:

9. října 2019

Předpokládaný termín odevzdání:

18. května 2020

prof. Ing. Zdeněk Plíva, Ph.D.
děkan

L.S.

Ing. Josef Novák, Ph.D.
vedoucí ústavu

Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci jsem vypracoval samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Jsem si vědom toho, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti Technickou univerzitu v Liberci; v tomto případě má Technická univerzita v Liberci právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má diplomová práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědom následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

31. 5. 2020

Bc. Vít Kanclíř

Depozice a charakterizace gradientních tenkých vrstev pro optické pokrytí

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá tenkými gradientními vrstvami SiO_xN_y s gradientním profilem indexu lomu vytvořenými metodou iontového naprašování (*Ion Beam Sputtering*) s iontovou asistencí.

Teoretická část uvádí do tematiky interference na tenké vrstvě, depozice tenkých vrstev a jejího monitoringu. Dále se zabývá shrnutím dosavadních poznatků v tématu gradientních tenkých vrstev, jejich využití a jejich charakterizace.

V experimentální části byla na homogenních vrstvách určena závislost indexu lomu deponované vrstvy na průtoku kyslíku asistenčním iontovým dělem. Pro účely vyhodnocení byl vytvořen skript v MATLAB na fitování modelových elipsometrických a spektrofotometrických spekter do experimentálně změřených spekter. V návaznosti byly deponovány gradientní vrstvy s dvěma různými profily indexu lomu, kde gradient indexu lomu ve vrstvách byl tvořen změnou průtoku kyslíku asistenčním dělem. Porovnání teoretických a experimentálních spekter prokázalo, že vzniklý profil odpovídá průtoku kyslíku v průběhu depozice. Diskutována byla i citlivost výsledků na posunu hodnot profilu indexu lomu při zachování jeho tvaru. Na základě získaných poznatků byly úspěšně deponovány dva úzkopásmové rugate filtry. Jejich výsledná reflektance byla porovnána s očekávanou a byly diskutovány možnosti optimalizace celého procesu.

Klíčová slova

Ion Beam Sputtering, Ion Beam Assisted Deposition, SiO_xN_y , optická tenká vrstva, gradientní profil indexu lomu, rugate filter

Deposition and characterization of gradient thin films for optical coating

Abstract

The thesis is devoted to gradient refractive index thin films of SiO_xN_y deposited by ion-beam sputtering combined with ion assistance.

The theoretical part of the thesis consists of an introduction to thin-film interference, deposition and monitoring of thin films. It summarizes the state-of-the-art knowledge of the field of gradient thin-film deposition and characterization.

The experimental part of the thesis consists of three sections. In the first one, we studied the effect of the flow of oxygen through the assistance ion source on optical properties of a homogeneous thin layer. The acquired experimental data were fitted with a theoretical model in terms of their ellipsometric and spectrophotometric properties by using MATLAB. Subsequently in the second section, two gradient films, each with a different profile of refractive index, were sputtered. The gradient of the refractive index was created by varying the oxygen flow. Comparison of the simulated and experimental spectra has proven that the deposited thin-film profiles agrees with the expected refractive index change corresponding to the oxygen flow during the deposition. The sensitivity of the fitting to the offset of the refractive-index profile was discussed. On the basis of the findings, two narrow-band rugate filters were successfully fabricated. Their reflectivity was compared with the expected one. Finally, we discuss possible options of the process optimization.

Key words

Ion Beam Sputtering, Ion Beam Assisted Deposition, SiO_xN_y , optical thin film, refractive-index gradient profile, rugate filter

Poděkování

Největší podíl na vzniku této diplomové práce a zároveň největší dík patří Karlu Žídkovi za příkladné vedení, pomoc a zájem, který je mezi vysokoškolskými pedagogy zcela výjimečný. Dále mnohokrát děkuju celému centru TOPTEC za útočiště a skvělou atmosféru, v které byla radost pracovat. Jmenovitě děkuju Jirkovi Budaszovi, Jirkovi Junkovi, Jirkovi Hlubučkovi, Honzovi Václavíkovi a Hance Libenské z oddělení tenkých vrstev. Bez jejich drobných, ale nesmírně důležitých pomocí by v této formě diplomová práce nemohla vzniknout.

Velký dík patří také rodině, která mě podporovala po celou dobu studia. Děkuji mamince a tátovi jak za finanční a vyživovací podporu, tak za moudré rady. Sestře Klárce děkuju za to, že byla kdykoliv ochotná mě vyslechnout s mými problémy, a bráčkovi Honzovi děkuju za veškerou manuální výpomoc s čímkoliv, co bylo zrovna potřeba.

Poslední, avšak velmi významný dík patří všem kamarádům a kamarádkám, protože bez jejich společnosti by byl život nudný a nezajímavý. Děkuji spolužákům: Evičce, Vojtovi, Adamovi, Vaškovi, Anežce, Martinovi, byli jsme skvělá parta, na kterou budu dlouho vzpomínat. Děkuji našemu gangu z kolejí – Lukášovi za tenis, který hrál v botech značky Nike, Myrkovi, který mi nedal obuškem, ale sehnal mi sešitek na inventuru koupený jistě za bitcoiny, Zdendovi za sehnanou výpočetní techniku a především Járovi Grofovi, který byl kdykoliv ochotný dát si se mnou káfičko a poslechnout si třeba „Mrože“ od Beatles, a to navzdory koruně a Babišovi. Děkuji mu i za patetické hádky, které byly však věcné, plné argumentů a zajímavých názorů. Děkuji také kamarádce Martině, která umí vysílat pozitivní přístup a dobrou náladu do okolí, jako by měla v sobě pro tyto účely stavěné vysokovýkonné antény. Děkuji celé partě UuE, která mě mezi sebe přijala a s kterou jsem zažil mnoho skvělých chvil. Děkuji (Z)pátečníkům za páteční večery plné legrace a her. Děkuji (služebně) nejstaršímu kamarádovi Járovi Vondrákovi za již 20leté kamarádství. V neposlední řadě děkuji Viktorce za velmi milou společnost, z které jsem se mohl těšit během několika výletů, procházek a jiných společných chvil.

Obsah

Seznam obrázků	10
Seznam zkratk	11
1 Úvod	12
2 Teoretická část	14
2.1 Vlnová optika a interference na tenké vrstvě	14
2.1.1 Světlo a vlnová rovnice	14
2.1.2 Komplexní index lomu	15
2.1.3 Průchod rovinné harmonické vlny materiálem	15
2.1.4 Rovinné rozhraní dvou prostředí	16
2.1.5 Interference	17
2.1.6 Interference na tenké vrstvě	18
2.2 Depozice tenkých vrstev	19
2.2.1 Přehled významných způsobů depozic tenkých vrstev	19
2.2.2 IBS	21
2.2.3 Monitoring in-situ růstu tenkých vrstev	22
2.3 Gradientní tenké vrstvy a jejich využití	23
2.3.1 Rugate filter	23
2.3.2 Laser Induced Damage Threshold – LIDT	25
2.4 Charakterizace tenkých vrstev	25
2.4.1 Spektrofotometrie	27
2.4.2 Elipsometrie	27
2.4.3 Modelování vrstvy	27
2.4.4 Výpočet teoretických spekter	28
2.4.5 Charakterizace gradientních vrstev	29
3 Experimentální část	30
3.1 Použitá technika a obecné postupy při depozicích	30

3.1.1	Depoziční technika	30
3.1.2	Příprava vzorků před depozicí	31
3.1.3	Nastavení iontových děl	32
3.1.4	Měření vzorků	33
3.2	Homogenní vrstvy	34
3.2.1	Depozice	34
3.2.2	Zpracování dat	35
3.2.3	Výsledky	37
3.3	Gradientní vrstvy	41
3.3.1	Depozice	41
3.3.2	Zpracování dat	42
3.3.3	Výsledky	43
3.4	Rugate filter	46
3.4.1	Modelování průběhu indexu lomu	46
3.4.2	Depozice	48
3.4.3	Výsledek	49
4	Závěr	53

Seznam obrázků

2.1	Elektromagnetická vlna [3].	15
2.2	Interference na tenké vrstvě [5].	19
2.3	Schéma IBS a IBAD [9].	22
2.4	Mikrostruktura vrstvy při IBAD [11].	22
2.5	Profily gradientních vrstev [15].	24
2.6	Profily indexu lomu a jim příslušející transmitance [17].	26
3.1	Schéma depoziční komory [28].	31
3.2	Držáky substrátů připevněné na kalotách.	32
3.3	Schéma zpracování dat homogenních vrstev.	36
3.4	Porovnání počátečních teoretických, experimentálních a fitovaných křivek transmitancí a elipsometrických spekter.	38
3.5	Bodový graf závislosti indexu lomu na průtoku kyslíku pro obě sady vzorků.	40
3.6	Výsledky poslední sady vzorků proložené polynomem.	40
3.7	Profily „\“ a „U“ indexu lomu gradientních vrstev pro vlnovou délku 500 nm.	42
3.8	Výsledné porovnání naměřených a fitovaných spekter u gradientních vrstev.	44
3.9	Závislost velikosti meritní funkce na offsetu profilu indexu lomu.	45
3.10	Model RF1.	47
3.11	Model RF1.	48
3.12	Graf reflektance RF1.	49
3.13	Graf reflektance RF2.	50
3.14	Fotografie RF při odrazu a průchodu světla.	51
3.15	SEM fotografie a EDS analýza RF1.	52

Seznam zkratek

$\vec{B}$	vektor magnetické indukce
c_0	rychlost světla ve vakuu
c	rychlost světla v materiálu
d	tloušťka vrstvy (není-li psáno jinak)
DP	diplovová práce
$\vec{E}$	vektor elektrické intenzity
ET	experimentálně změřená transmittance (v podobě matice)
ER	experimentálně změřená reflektance (v podobě matice)
$E\Psi$	experimentálně změřená funkce Ψ (v podobě matice)
$E\Delta$	experimentálně změřená funkce Δ (v podobě matice)
I	intenzita světla
IBS	Ion beam sputtering
k	index absorpce (imaginární index lomu)
$\vec{k}$	vlnový vektor
n	reálný index lomu
$\tilde{n}$	komplexní index lomu
Q	průtok plynu
$\vec{r}$	polohový vektor
RF	rugate filter
t	čas
TT	vypočítaná (teoretická) transmittance (v podobě matice)
TR	vypočítaná (teoretická) reflektance (v podobě matice)
$T\Psi$	vypočítaná (teoretická) funkce Ψ (v podobě matice)
$T\Delta$	vypočítaná (teoretická) funkce Δ (v podobě matice)
λ	vlnová délka
$\varepsilon_{(0,r)}$	permitivita (ve vakuu, relativní)
$\mu_{0,r}$	permeabilita (ve vakuu, relativní)
ω	kruhová frekvence

1 Úvod

Pokrytí optických prvků tenkými vrstvami je absolutní nezbytností při tvorbě optických systémů. Je-li třeba průchodu světelného svazku skrz optický systém, rozhraní indexu lomu způsobuje, že část světla prochází a část se odráží. V případě rozhraní vzduch–sklo (indexy lomu 1 a 1,5) projde při kolmém dopadu skrz 96 % světla. V optickém systému například pěti čoček tak neprojde k detektoru celá třetina původní intenzity, navíc v systému vznikají parazitní odrazy. Řešením této problematiky spočívá v deponování vhodné tenké antireflexní vrstvy, která pro žádaný rozsah vlnových délek propustí více než 99 % záření.

Antireflexní vrstvy jsou však jen částí využití tenkých vrstev v optice. Na zrcadla se používají reflexní vrstvy, polopropustné vrstvy se využívají u děličů světla, vrstvy se dají použít k tvorbě mnoha druhů filtrů – polarizujících, úzkopásmových, širokopásmových, horních i dolních propustí.

Standardní optické pokrytí může být i citlivým místem optického systému. Takové pokrytí se skládá ze série homogenních vrstev s různými indexy lomu. Na rozhraních těchto vrstev vznikají při vysokém energetickém toku poruchy, které mohou vést i ke zničení soustavy. Právě pro aplikace s vysokoenergetickým tokem světla soustavou je vhodné využití gradientních tenkých vrstev se spojitými změnami indexu lomu. Ty vynikají desetinásobně vyšší odolností oproti standardnímu pokrytí homogenními vrstvami [1].

Jedním z problémů gradientních tenkých vrstev je věrohodná charakterizace profilu indexu lomu v optickém pokrytí, na němž závisí optické vlastnosti. Proto se tato diplomová práce (dále jen DP) zabývá možnostmi depozice a charakterizace gradientních vrstev SiO_xN_y , které jsou deponovány metodou Ion Beam Sputtering (dále jen IBS) s iontovou asistencí, kde primárním dělem je z terče odprašován křemík a asistenčním iontovým dělem jsou přiváděny reaktanty kyslíku a dusíku.

Teoretická část DP se zabývá základními poznatky vlnové optiky, protože veškeré vlastnosti tenkých vrstev vyplývají z možnosti interference na tenké vrstvě. Objasňuje principy depozice tenkých vrstev s bližším zaměřením na IBS. Dále roz-

víjí přednosti a využití gradientních vrstev a věnuje se způsobům charakterizace pomocí maticového výpočtu, který byl dále implementován v experimentální části.

V počátku experimentálního studia gradientních tenkých vrstev bylo třeba určit, jaký index lomu vzniká při daném nastavení průtoku kyslíku asistenčním dělem. Za tímto účelem bylo deponováno několik homogenních vzorků při různém průtoku kyslíku. Ty byly charakterizovány porovnáním naměřených a teoretických spekter. Výpočty byly prováděny vlastním softwarem na bázi MATLAB s částečně převzatou funkcí z [2]. Žádaným výsledkem byla kalibrační křivka popisující závislost deponovaného indexu lomu na průtoku kyslíku.

Dále bylo třeba ověřit, zda profil indexu lomu gradientní vrstvy odpovídá naměřené kalibrační křivce. Reaktivní kyslík by mohl způsobovat reakce i ve větší hloubce vrstvy – v místech již hotové depozice – a tím profil indexu lomu neočekávaně měnit. Tato problematika byla zkoumána prostřednictvím jednoduchého gradientního profilu vrstvy kvantitativně a pomocí složitější vrstvy (tzv. rugate filtru) kvalitativně.

Závěry všech částí experimentu jsou diskutovány a jejich slibné výsledky ukazují směry, kterými by se mohl další výzkum ubírat.

2 Teoretická část

2.1 Vlnová optika a interference na tenké vrstvě

Tenké vrstvy v optickém pokrytí mají typicky tloušťku v řádu desítek až tisíců nanometrů. V těchto rozměrech blížících se vlnové délce světla dochází při interakci elektromagnetických vln s rozhraními vrstvy k interferenci. Vrstva je definována tloušťkou a indexem lomu. Kombinací vhodných vrstev vzniká pokrytí s rozličnými vlastnostmi.

2.1.1 Světlo a vlnová rovnice

Světlo je okem viditelné elektromagnetické vlnění v rozmezí vlnových délek cca 400–750 nm. Světlo v některých experimentech vykazuje chování proudu částic (částicový charakter světla) a v jiných experimentech se světlo chová jako vlnění (vlnový charakter světla). Pro využití tenkých vrstev je důležitý právě vlnový charakter.

Z pohledu vlnového charakteru je světlo příčné elektromagnetické vlnění – elektrická i magnetická složka kmitají kolmo ke směru šíření a zároveň jsou na sebe kolmé (viz obrázek 2.1). Velikost jedné ze složek lze vypočítat z druhé pomocí vztahu

$$E = c_0 B, \quad (2.1)$$

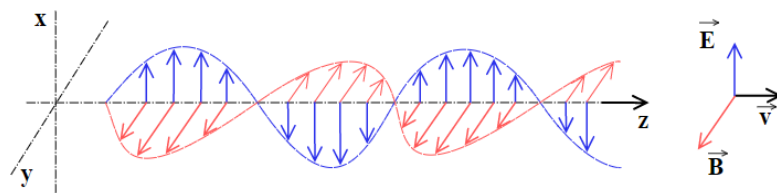
kde c_0 je rychlost světla ve vakuu.

Vlnovou rovnici světla vyjadřuje vzorec:

$$\nabla^2 E(\vec{r}, t) = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 E(\vec{r}, t)}{\partial t^2} = \varepsilon \mu \frac{\partial^2 E(\vec{r}, t)}{\partial t^2}, \quad (2.2)$$

kde ε a μ jsou permitivita a permeabilita materiálu, ve kterém se elektromagnetická vlna šíří. Rychlost světla v materiálu je s permitivitou a permeabilitou spjata rovnicí

$$c = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon \mu}} = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon_0 \varepsilon_r \mu_0 \mu_r}}, \quad (2.3)$$



Obrázek 2.1: Elektromagnetická vlna. Elektrická a magnetická složka kmitají kolmo na sebe a zároveň kolmo na směr šíření (osa z). Převzato z [3].

kde ε_0 a ε_r je permitivita vakua, resp. relativní permitivita a μ_0 a μ_r je permeabilita vakua, resp. relativní permeabilita.

2.1.2 Komplexní index lomu

Dáme-li do poměru rychlost světla ve vakuu a rychlost světla v materiálu, dostaneme

$$\frac{c_0}{c} = \frac{\frac{1}{\sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}}}{\frac{1}{\sqrt{\varepsilon_0 \varepsilon_r \mu_0 \mu_r}}} = \sqrt{\varepsilon_r \mu_r}. \quad (2.4)$$

Tento poměr se nazývá reálný index lomu materiálu n . Látky, kterými se práce zabývá, jsou nemagnetické, tudíž $\mu_r \rightarrow 1$. Platí tedy přibližný vztah

$$n \cong \sqrt{\varepsilon_r}. \quad (2.5)$$

Obecně je index lomu komplexní funkcí frekvence, resp. vlnové délky λ , elektromagnetického záření:

$$\tilde{n}(\lambda) = n(\lambda) - ik(\lambda), \quad (2.6)$$

kde imaginární část komplexního indexu lomu k se také nazývá index absorpce, v anglické literatuře *extinction coefficient*. V literatuře se ve shodné četnosti objevují zápisy $\tilde{n} = n - ik$ a $\tilde{n} = n + ik$, záleží na konvenci. V případě této diplomové práce a především v softwarových výpočtech byla použita verze se záporným znaménkem.

2.1.3 Průchod rovinné harmonické vlny materiálem

Nejvýznamnější řešení vlnové rovnice ((2.2)) je rovinná harmonická vlna, protože každou vlnu v prostoru lze popsat jako lineární kombinaci rovinných harmonických vln. Má tvar

$$E(\vec{r}, t) = E_0 \cdot e^{-i(\omega t - \vec{k}\vec{r} + \varphi)}, \quad (2.7)$$

kde ω je kruhová frekvence, E_0 amplituda elektrické vlny, $\vec{k}$ vlnový vektor, $\vec{r}$ polohový vektor a φ počáteční fáze. Pro jednorozměrný případ lze rovnici (2.7) zjednodušit:

$$E(z, t) = E_0 e^{-i(\omega t - \frac{2\pi f}{c} z)} = E_0 e^{-i(\omega t - \frac{2\pi f \tilde{n} z}{c_0})}. \quad (2.8)$$

Vezmeme-li v úvahu vlnu pro daný čas $t = 0$, výrok se zjednoduší

$$E(z) = E_0 e^{(-i\frac{2\pi f}{c_0})(n - ik)z} = E_0 e^{-i\frac{2\pi f}{c_0}nz} e^{\frac{-2\pi f}{c_0}kz} = E_0 e^{-i\frac{2\pi}{\lambda}nz} e^{\frac{-2\pi}{\lambda}kz}. \quad (2.9)$$

První exponenciála udává změnu fáze při průchodu materiálem s indexem lomu n – zkrácení vlnové délky, druhá exponenciála ukazuje, že velikost útlumu elektrické vlny při průchodu materiálem roste exponenciálně s indexem absorpce.

Intenzita světla I (jediná přímo měřitelná veličina elektromagnetické vlny) je přímo úměrná druhé mocnině velikosti elektrického pole: $I \sim E^2$. Pro poměr mezi intenzitou světla po průchodu materiálem $I(z)$ a před průchodem materiálem ($I(0)$) platí

$$\frac{I(z)}{I(0)} = \frac{E(z)^2}{E(0)^2} = e^{\frac{-4\pi}{\lambda}kz} = e^{-\alpha z}, \quad (2.10)$$

kde α je absorpční koeficient, který již není bezrozměrný (základní jednotkou je m^{-1}).

2.1.4 Rovinné rozhraní dvou prostředí

Rozhraním dvou prostředí rozumíme místo, kde se skokově mění index lomu materiálu z n_1 na n_2 . Na takovém rozhraní platí Snellův zákon, který má tvar

$$n_1 \sin \theta_i = n_2 \sin \theta_t, \quad (2.11)$$

kde θ_i je úhel dopadu a θ_t je úhel lomu. Prochází-li rozhraním světelná vlna, rozdělí se dopadající vlna E_i na vlnu odraženou E_r a prošlou E_t . Tvar odražených a prošlých vln je závislý na polarizaci elektrického pole $\vec{E}$ – ta se popisuje superpozicí polí rovnoběžných s rovinou dopadu (E^s) a kolmých k rovině dopadu (E^p). Vztahy určující poměr vln odražených, respektive prošlých, s vlnami dopadajícími se nazývají Fresnelovy rovnice:

$$r^s = \frac{E_r^s}{E_i^s} = \frac{\tilde{n}_1 \cos \theta_i - \tilde{n}_2 \cos \theta_t}{\tilde{n}_1 \cos \theta_i + \tilde{n}_2 \cos \theta_t}, \quad (2.12)$$

$$r^p = \frac{E_r^p}{E_i^p} = \frac{\tilde{n}_2 \cos \theta_i - \tilde{n}_1 \cos \theta_t}{\tilde{n}_2 \cos \theta_i + \tilde{n}_1 \cos \theta_t}, \quad (2.13)$$

$$t^s = \frac{E_t^s}{E_i^s} = \frac{2\tilde{n}_1 \cos \theta_i}{\tilde{n}_1 \cos \theta_i + \tilde{n}_2 \cos \theta_t}, \quad (2.14)$$

$$t^p = \frac{E_t^p}{E_i^p} = \frac{2\tilde{n}_1 \cos \theta_i}{\tilde{n}_2 \cos \theta_i + \tilde{n}_1 \cos \theta_t}, \quad (2.15)$$

kde r a t se nazývají komplexní koeficienty odrazu, respektive lomu.

Vedle změn amplitud vln je důležité kvantifikovat změnu intenzity při průchodu rozhraním. Označíme-li intenzitu dopadajícího záření I_0 , intenzitu odraženého záření I_r a intenzitu prošlého záření I_t , platí

$$R^{(s,p)} = \frac{I_r^{(s,p)}}{I_0^{(s,p)}} = \left(r^{(s,p)}\right)^2, \quad (2.16)$$

$$T^{(s,p)} = \frac{I_t^{(s,p)}}{I_0^{(s,p)}} = \frac{n_2 \cos \theta_t}{n_1 \cos \theta_i} \left(t^{(s,p)}\right)^2, \quad (2.17)$$

kde veličina R se nazývá intenzitní koeficient odrazu (reflektance) a T intenzitní koeficient propustnosti (transmitance). [4] Význam těchto veličin je v jejich přímé měřitelnosti pomocí spektrofotometru. Při experimentálním měření platí

$$T + R + A = 1, \quad (2.18)$$

kde A je absorbance.

2.1.5 Interference

Nejdůležitější vlastností vlnového charakteru světla pro téma diplomové práce je interference vlnění. Vychází z principu superpozice světelných vln. Tento princip platí v lineárních prostředích a lze vyjádřit vztahem:

$$E = \sum_{i=1}^N E_i. \quad (2.19)$$

V případě interference dvou vlnění platí $E = E_1 + E_2$ a pro intenzitu světla platí

$$I = (E_1 + E_2)(E_1 + E_2)^* = E_1 E_1^* + E_2 E_2^* + E_1^* E_2 + E_1 E_2^* = I_1 + I_2 + 2\text{Re}\{E_1 E_2^*\}, \quad (2.20)$$

kde hvězdička značí číslo komplexně sdružené. Poslední člen (2.20) vyjadřuje interferenční část vzorce. Při předpokladu rovinné monochromatické vlny se dá předchozí

vztah dále upravit

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(\Phi_2 - \Phi_1), \quad (2.21)$$

kde Φ_i je fáze i -té vlny.

2.1.6 Interference na tenké vrstvě

Ve zjednodušeném modelu odrazu světla od jedné vrstvy na substrátu se vlny elektrického pole odráží na rozhraní vzduch–vrstva a na rozhraní vrstva–substrát (viz obrázek 2.2). Vlna ze vzduchu dopadá na rozhraní vzduch–vrstva, kde se rozděluje na lomenou vlnu a odraženou vlnu. Stejný děj se odehrává i na rozhraní vrstva–substrát. Odražené vlny z obou rozhraní spolu konstruktivně, nebo destruktivně interferují.

V případě, že index lomu vrstvy n_v je menší než index lomu substrátu n_{sub} , dochází při odrazu od obou rozhraní k otočení fáze vlny o π – v součtu se tedy fáze odrazem nemění. V takovém případě platí pro destruktivní interferenci odražené vlny vztah

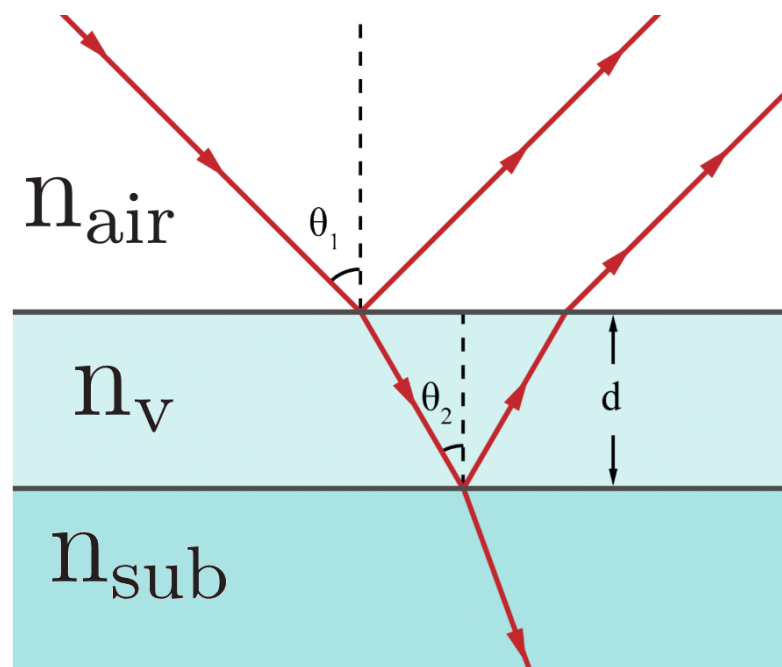
$$2n_v d \cos(\theta_2) = \left(m - \frac{1}{2}\right) \lambda, \quad (2.22)$$

kde zkratky odpovídají obrázku 2.2 a $m \in \mathbb{N}$. Nejjednodušší případ antireflexní vrstvy pro jednu vlnovou délku a kolmý dopad je potom vrstva o optické tloušťce $dn_v = \frac{\lambda}{4}$. V případě $n_v > n_{sub}$ se fáze vlny otáčí o π pouze na rozhraní vzduch–vrstva. Pak je podmínkou destruktivní interference odražených vln

$$2n_v d \cos \theta_2 = m\lambda. \quad (2.23)$$

Nejjednodušším případem antireflexní vrstvy pro jednu vlnovou délku a kolmý dopad je potom vrstva o optické tloušťce $dn_v = \frac{\lambda}{2}$.

Pro složitější antireflexní vrstvy, které splňují podmínku destruktivní interference pro více vlnových délek, se využívá soustava více vrstev střídající vysoký a nízký index lomu. Potřebnou kombinaci takových vrstev lze spočítat pomocí počítačových programů. Pro jednoduché případy vystačí jednoduchý software využívající k výpočtu maticové vztahy plynoucí z Fresnelových rovnic ((2.12)–(2.15)). Tento přístup byl zvolen i v případě této DP – princip výpočtu viz 2.4.4. Pro složitější vrstvy lze použít komerční software (jmenovitě např. OptiLayer®).



Obrázek 2.2: Schéma interference na tenké vrstvě. Převzato z [5] a upraveno.

2.2 Depozice tenkých vrstev

Existuje celá řada způsobů depozice tenkých optických vrstev. Experimentální část diplomové práce se věnuje výhradně naprašování iontovým paprskem (*Ion-Beam Sputtering – IBS*). Tomuto způsobu depozice bude vyčleněna samostatná podkapitola, ostatní způsoby jsou uvedeny pouze přehledově.

2.2.1 Přehled významných způsobů depozic tenkých vrstev

Základní dělení depozic je na chemické a fyzikální. Fyzikální se dělí na naprašování (*sputtering*) a napařování (*evaporation*), chemické pak na depozici chemickým vypařováním (*Chemical vapour deposition – CVD*) a depozici atomových vrstev (*Atomic layer deposition – ALD*).

Při CVD se použijí reaktanty do reakční komory, kde reagují na produkty, které pokrývají substrát a tvoří vrstvu. Tato metoda vytváří vrstvy se špatnou optickou kvalitou a slabou mechanickou pevností. Moderním způsobem, jak lze vytvářet kvalitnější vrstvy, je spouštění reakcí v krátkých pulzech. Příkladem takové metody je PICVD (*Plasma impulse CVD*). [6]

Dalším typem chemické depozice je ALD. Reaktanty jsou ve střídavých pulzech posílány do reakční komory. Každý puls vytváří tenkou vrstvu na substrátu. Proces

je pomalý, protože reaktor musí být očištěn mezi každým vstřikem reaktantů. Výhodou metody je schopnost pokrytí komplexních tvarů s vysokým stupněm uniformity. Další výhodou je jednoduché řízení depozice. [6]

Napařování probíhá ve vakuových komorách ($p < 1$ mPa), ve kterých je taven deponovaný materiál. Při tavení materiálu vznikají páry, které se následně šíří k substrátu a pokrývají jej. Obecná výhoda napařování je vyšší rychlost depozice a dobrá směrovost. Obecnými nevýhodami napařování jsou špatná uniformita a napětí vznikající ve vrstvě. Uniformitu lze vylepšit pomocí masek nebo planetárního (rotujícího) uchycení substrátů. Pro zlepšení některých vlastností vrstvy lze použít asistenční iontové dělo (viz dále). K zahřívání materiálu se využívají odporové lodičky (*thermal evaporation*) nebo elektronový paprsek (*e-beam evaporation*), který bombardováním elektrony taví materiál v kelímku z tepelně odolného materiálu. Napařování pomocí odporového zahřívání materiálu je velmi levný a jednoduchý způsob depozice využitelný u kovů a nekovů s nízkým bodem tání. Nevýhodou je nižší čistota vzniklá přísadami par od lodičky ohřívané častokrát k teplotám těsně pod jejím bodem tání. Zahřívání materiálu pomocí elektronového paprsku je naproti tomu velice výkonné a jelikož je kelímek chlazen, nedochází téměř k žádné kontaminaci. Cena i složitost celého systému napařování pomocí elektronového paprsku je však mnohonásobně vyšší.

Naprašování zahrnuje všechna fyzikální (nikoliv termální) odpařování materiálu z terče pomocí přenosu hybnosti dopadajících částic atomárních rozměrů. Většinou se jedná o ionty plynu urychlené elektrickým polem [7]. Odprašený materiál se pak šíří směrem k substrátu, který pokrývá. Oproti napařování naprašování vytváří vysokoenergetický tok částic s vysokou povrchovou mobilitou, který vytváří snadněji jemné, husté, konformní a souvislé vrstvy. Při naprašování se také snadněji dodržuje stechiometrie deponované vrstvy z důvodu lepší kontroly nad rychlostí depozice [8]. Jako odprašovací plyn lze teoreticky využít všechny vzácné plyny, avšak nejpoužívanějším plynem z důvodu vhodného poměru zisku odprašeného materiálu a ceny je argon. V dalším textu se bude předpokládat využití argonu jako odprašovacího plynu.

Nejjednodušším typem naprašování je naprašování stejnosměrnou (DC) diodou. Je složena ze dvou elektrod, vakuové komory a zdroje energie. Argon se vpouští do vakuované komory (nejméně 10^{-3} mbar) mezi elektrody s dostatečným napětím, kde se ionizuje. Potřebné napětí obecně závisí na typu odprašovacího plynu, tlaku a materiálu katody. Kladné ionty argonu jsou pak urychlovány směrem ke katodě, ze které odprašují materiál. Ten se pak šíří směrem k anodě, ke které bývá připevněn

substrát. Nevýhodou tohoto způsobu naprašování je velmi nízká účinnost. Až 95 % veškeré energie se spotřebuje na zahřátí terče a na produkci sekundárních elektronů (elektronů uvolněných z katody).

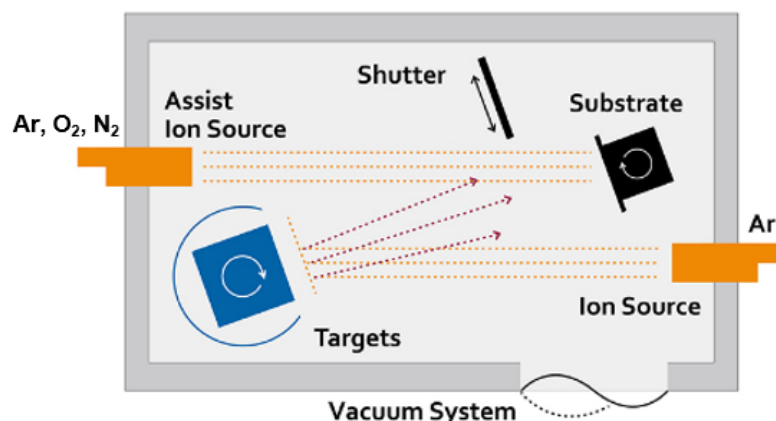
K významnějším a efektivnějším způsobům naprašování patří magnetronové naprašování (*magnetron sputtering*). V DC diodě elektrony urychlené napětím z katody nemohou účinně udržovat výboj. Při vhodném uspořádání magnetického pole mohou elektrony být drženy v blízkosti terče na uzavřených drahách. Takový vysoký tok elektronů vytváří velmi husté plasma, které dále ionizuje atomy argonu [7]. Tyto atomy mají oproti elektronům velmi vysokou hmotnost a nejsou tedy magnetem znatelně ovlivněny. Magnetronové naprašování je vhodné pro depozici kovových i dielektrických vrstev se specifickými optickými nebo elektrickými vlastnostmi.

2.2.2 IBS

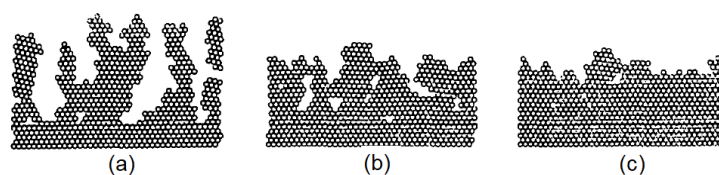
Jak již bylo psáno, hlavním zájmem DP je naprašování iontovým svazkem. Jedná se o jeden z nejmodernějších způsobů depozice vytvářející vrstvy o velmi vysoké kvalitě a přesné tloušťce. V IBS jsou ionty generovány v iontovém děle, poté jsou vpuštěny do komory urychlené napětím mezi dělem a terčem. Pro vznik iontů je tedy potřebný mnohem nižší tlak argonu v depoziční komoře než u jiných naprašovacích technologií. Nízký tlak indukuje menší počet kolizí v komoře, tedy zachovávání kinetické energie jak ionizovaného argonu, tak odprašených částic z terče.

Zjednodušené schéma IBS je na obrázku 2.3. Ve vakuové komoře se nachází dva zdroje argonu – primární dělo argonových kationtů zaměřené na terč, z něhož odprašený materiál se šíří směrem k substrátu. Terč je otočný, lze tak volit mezi jednotlivými materiály. Substrát rotuje během depozice, bez čehož by rostoucí vrstva nebyla rovnoměrně rozložená. Substrát lze navíc ozařovat ionty z asistenčního děla.

Významným vylepšením IBS, ale i dalších depozičních principů, je právě využití asistenčního iontového děla (v angličtině se tato metoda nazývá *Ion beam-assisted deposition*, zkráceně IBAD). Zřejmě nejvýznamnějším prvkem IBAD technologie je možnost detailní kontroly vlastností vrstvy – morfologie, adheze, napětí a stechiometrie. IBAD lze rozdělit na nereaktivní a reaktivní. Při nereaktivním je účelem iontů (typicky Ar^+) zvýšit adhezi, hustotu a další vlastnosti vrstev. V principu dochází k předání kinetické energie iontů na nově vznikající vrstvu, její lokální zahřátí a zaplnění prázdných míst ve vrstvě odprašovaným materiálem [10]. Laicky a zjednodušeně řečeno, dochází k „udusání“ vznikající vrstvy. Vliv kinetické energie dopadajícího iontu na rostoucí vrstvu lze vidět na obrázku 2.4.



Obrázek 2.3: Zjednodušené schéma principu IBS s IBAD. Převzato z [9] a upraveno.



Obrázek 2.4: Zobrazení simulace mikrostruktury vrstvy při dopadu iontů s různými kinetickými energiemi: a) $E_k = 0,02 E$, b) $E_k = 0,5 E$ a c) $E_k = 1,5 E$, kde E je kohezní energie mřížky pro nikl ($E = 1,3 \text{ eV}$). Převzato z [11].

Při reaktivním IBAD ionty navíc chemicky reagují. Vpuštěním reaktivních plynů (nejčastěji N_2 a O_2) dochází k reakci s odprášeným materiálem z terče a vytvoření vrstvy z příslušného nitridu, resp. oxidu.

2.2.3 Monitoring in-situ růstu tenkých vrstev

K monitoringu růstu tenké vrstvy během depozice (in-situ) se používá měření pomocí křemenného krystalu a optický monitoring.

U křemenného krystalu se využívá vysoká vlastní frekvence (nejčastěji mezi 5 až 6 MHz). Deponováním vrstvy na krystal dochází ke snižování jeho vlastní frekvence. Snižování je přímo úměrné druhé mocnině rezonanční frekvence a hmotnosti deponované vrstvy [6]. Při známé hustotě a akustické impedanci deponovaného materiálu lze pak přepočítat změnu hustoty na změnu tloušťky deponované vrstvy. Monitoring krystalem je výhodný při depozici velmi tenkých vrstev (pod 40 nm), avšak jako kontrolní prvek se využívá i při optickém monitoringu.

Optický monitoring se skládá ze zdroje světla o daném spektru záření, monitorovacího substrátu a detektoru prošlého, případně odraženého světla. Operátor depo-

zice (nebo řídicí program) je tak schopen porovnávat žádané spektrum transmitance nebo reflektance s reálným, případně při shodě spekter depozici včas ukončit. Optický monitoring je výhodnější vždy, kdy se deponuje vrstva dostatečně tlustá na výraznější projev interference (aspoň 40 nm).

Díky stabilní rychlosti depozice pomocí naprašování lze kontrolovat tloušťku vrstvy také měřením času. V takovém případě je však třeba znát přesnou průměrnou rychlost depozice pro daný materiál. Tento způsob je vhodný pro dlouhotrvající depozice, ve kterých se vykompenzují krátkodobé odchylky v rychlosti naprašování [6].

2.3 Gradientní tenké vrstvy a jejich využití

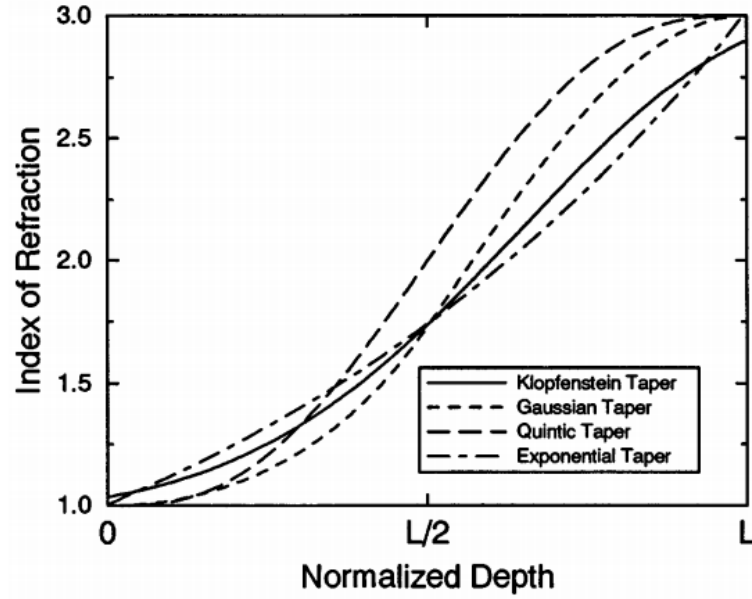
Klasické homogenní tenké vrstvy se vyznačují střídáním vysokého (např. TiO_2) a nízkého (např. SiO_2) indexu lomu. Změny indexu lomu v takové vrstvě jsou skokové. Oproti tomu gradientní vrstvy mají spojitý přechod z vysokého k nízkému indexu lomu a naopak.

Způsoby výroby gradientních tenkých vrstev lze obecně klasifikovat na „analogové“ – kontinuální změna kompozice, a na „digitální“ – kontinuální index lomu je přiblížen sekvencí velmi tenkých homogenních vrstev s vysokým (n_H) a nízkým (n_L) indexem lomu. Obě třídy struktur mohou být experimentálně implementovány použitím vícero zdrojů, nebo modulací vlastností jednoho materiálu [12].

První analýza a výroba optické vrstvy s gradientním indexem lomu byla vytvořena Jacobssonem et al. už v roce 1960. Poté počaly vznikat nové profily indexu lomu – lineární, parabolické, kubické, polynomicke pátého řádu, gaussovske, exponenciální nebo sinusové s exponenciální obálkou [13, 14]. Pro tvorbu optimálních antireflexních 2D sub-vlnových mřížkových struktur pro širokopásmové antireflexní povrchy se ukázal účinný profil Klopfensteinův [15]. Yeh et al. ukázali, že exponenciální profil maximalizuje transmissi nekoherentního záření a že exponenciální gradientní čtvrtvlnná vrstva vytváří širokopásmovou antireflexi [14]. Příklad některých profilů je k vidění na obrázku 2.5.

2.3.1 Rugate filter

Typickým využitím gradientních vrstev je tzv. rugate filter (dále jen RF). Ukazuje se, že existuje souvislost mezi Fourierovou transformací průběhu logaritmické derivace profilu indexu lomu vrstvy a jejími optickými vlastnostmi. Přestože nebyl



Obrázek 2.5: Zobrazení profilů indexů lomu Klopfensteinova, Gaussova, exponenciálního a polynomického pátého řádu. Převzato z [15].

nalezen obecný vztah, vzniklo mnoho aproximací, které bylo možné použít k designu úzkopásmových reflektorů, jako jsou RF [16].

Vytvořit úzkopásmový filtr lze i klasickou depozicí pomocí homogenních čtvrtvlnných souvrství (anglicky *quarter-wave stack*) se skokovou změnou indexu lomu. Jak ukázali Southwell et al. v [17], takové souvrství má v okolí nepropustného pásma postranní vlnky, navíc další nepropustná pásma vznikají v lichých harmonických. Profil takového souvrství a jeho transmitance jsou ukázány na obrázku 2.6a. Každý člen Fourierovy řady takového profilu pak odpovídá jednotlivým nepropustným pásmům filtru. Prvním členem je sinusová funkce se stejnou frekvencí jako čtvrtvlnné souvrství a s amplitudou A o velikosti

$$A = \frac{4}{\pi} (n_H - n_L), \quad (2.24)$$

kde n_H vyjadřuje vysoký index lomu a n_L nízký index lomu souvrství. Právě takový profil má RF a je vyobrazen na obrázku 2.6b, z něhož je patrné odstranění nepropustných pásů vyšších harmonických. K odstranění postranních vlněk je třeba deponovat profil stejné sinusové funkce, avšak modulované obálkovou funkcí. Nejvhodnější obálkovou funkcí k odstranění postranních vlněk se ukázala polynomiální funkce pátého řádu [18]. Profil takové vrstvy a její transmitance bez postranních

vlnek je na obrázku 2.6c. Takový RF bude i předmětem zájmu v experimentální části DP.

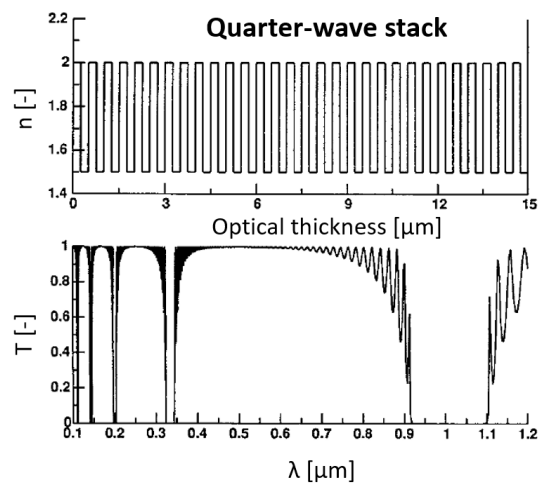
2.3.2 Laser Induced Damage Threshold – LIDT

Významným využitím RF a celkově gradientních vrstev je optika vysokoenergetických laserů. Nejzranitelnější částí optických komponent je dielektrická vrstva, především rozhraní mezi vysokým a nízkým indexem lomu. V klasickém souvrství homogenních vrstev (viz obrázek 2.6a) je takových míst několik. Důvodem defektů je rozdíl termálních a mechanických vlastností, které způsobují přidané mechanické napětí a zvýšené zahřívání místa zasaženého laserem. Řešením je depozice gradientních vrstev, jejichž změna indexu lomu je pozvolná. Jupé et al. v článku [1] ukázali, že LIDT rugate filtru je desetinásobné oproti klasickému souvrství homogenních vrstev – a to navzdory faktu, že RF měl dvojnásobnou tloušťku a výrazně větší absorpci.

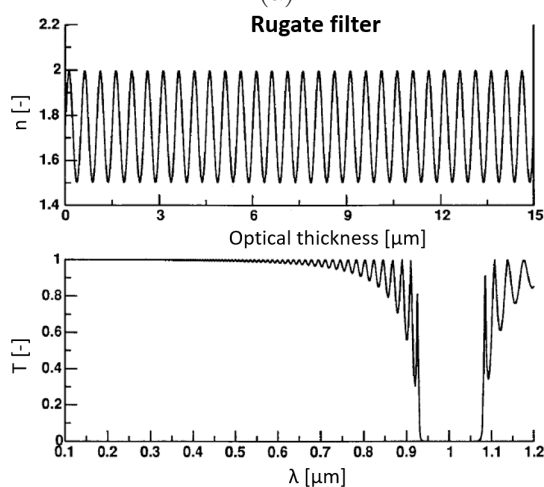
Jupé et al. v rámci [1] deponovali RF pomocí IBS, kde na jednom terči byl materiál jak s vysokým (TiO_2), tak s nízkým (SiO_2) indexem lomu. Rotací terče měnili místo dopadu iontového svazku, tedy i deponovaný materiál. Tento proces odpovídá „digitálnímu“ způsobu depozice, zmíněného v úvodu sekce 2.3. To se může zdát v protikladu s myšlenkou výhody gradientní vrstvy kvůli absenci rozhraní – a tedy většímu LIDT. Nicméně nečistoty koncentrované na rozhraních v obyčejném souvrství vznikají při dlouhých přerušeních depozice kvůli změně materiálu. Rychlým automatizovaným procesem „digitální“ depozice tyto problémy odpadají [19].

2.4 Charakterizace tenkých vrstev

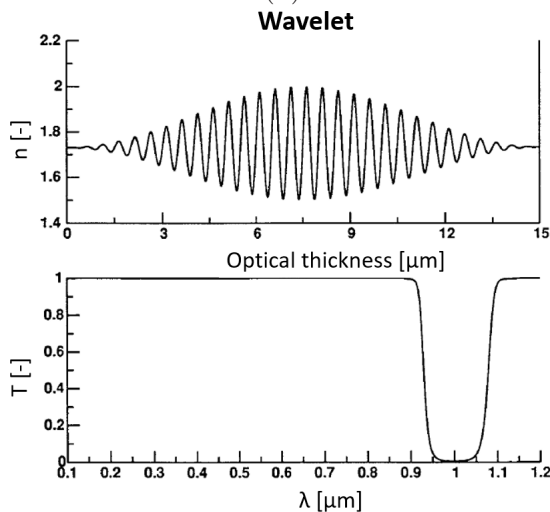
Nejdůležitějšími optickými vlastnostmi pro charakterizaci tenkých vrstev jsou spektrofotometrická a elipsometrická spektra, protože se jedná o lineární optické vlastnosti tenkých vrstev. Ty lze porovnat s naměřenými spektry a parametry optimalizovat pro zpřesnění modelu. Tenká vrstva se modeluje pomocí parametrů, které popisují disperzi indexu lomu. Ze znalosti disperze vrstvy lze pomocí maticového výpočtu získat teoretická spektra lineárních optických vlastností. V dalším textu souhrnným slovem „spektra“ budou myšlena právě spektra elipsometrická a spektrofotometrická, nebude-li psáno jinak.



(a)



(b)



(c)

Obrázek 2.6: Profily indexu lomu a jim příslušející transmittance pro a) čtvrtvlnné souvrství, b) sinový rugate filter, c) rugate filtr s obálkovou funkcí. Převzato z [17] a upraveno.

2.4.1 Spektrofotometrie

Spektrofotometrie zahrnuje měření spektrální závislosti transmitance T a reflexance R při dopadu záření pod různými úhly. Dle druhu měřicího přístroje lze určit spektrofotometrické veličiny pro různě široká spektra záření – nejčastěji blízké ultrafialové, viditelné a blízké infračervené.

Měření transmitance probíhá svícením halogenovou lampou skrz difrakční mřížku na vzorek a detekováním prošlé intenzity světla. Změřený signál se porovnává s kalibračním signálem vzniklým průchodem světla bez přítomnosti vzorku. Měření reflexance probíhá obdobným způsobem, snímá se však intenzita odraženého světla.

2.4.2 Elipsometrie

Elipsometrie měří změnu polarizačního stavu světla po odrazu od tenké vrstvy. Dopadový úhel bývá běžně od 50 do 70° . Změnu polarizačního stavu lze popsat jako poměr komplexních koeficientů odrazu p - a s -polarizace.

$$\rho = \frac{r^p}{r^s} = \tan(\Psi)e^{i\Delta}, \quad (2.25)$$

kde $\tan(\Psi)$ je poměr amplitud při odrazu a Δ je fázový posun. Naměřená spektra funkcí Ψ a Δ se porovnávají se spektry modelů pro jejich optimalizaci. Podrobný popis elipsometrie je sepsán v [20].

2.4.3 Modelování vrstvy

Vlastnosti vrstvy jsou dány disperzí indexu lomu a tloušťkou. Disperzi je výhodné popsat materiálovými modely, protože se tak informace o materiálu zkomprimuje do několika parametrů. Příkladovými modely jsou Lorenzův a Drudeho model. Ty jsou postavené na zjednodušení, ve kterém jsou elektrony tlumenými harmonicky vázanými částicemi vystavenými vnějšímu elektrickému poli [21]. (Detailně je Lorentzův a Drudeho model popsán v [22].) Další často používané modely jsou Sellmeierův model a Cauchyho model (více v [20]). V experimentální části DP byl využíván Tauc–Lorentzův model, který je obecně používán pro amorfni materiály. Teorie modelu je velmi obsáhlá – její podrobný popis je v článku [23].

2.4.4 Výpočet teoretických spekter

Výpočet teoretických spekter probíhá metodou matice přenosu (*transfer-matrix method*). Každý přechod mezi rozhraními je reprezentován maticí $\overleftrightarrow{R}$, průchod prostředím zase maticí $\overleftrightarrow{M}$. Výsledná matice přenosu skrze systém je maticovým násobkem matic přechodů a průchodů.

Matice reprezentující přechod mezi rozhraními má tvar

$$\overleftrightarrow{R} = \frac{1}{t} \begin{pmatrix} 1 & r \\ r & 1 \end{pmatrix}, \quad (2.26)$$

kde t a r jsou komplexní koeficienty průchodu, resp. odrazu vypočtené z Fresnelových rovnic ((2.12)–(2.15)). (Matice se počítá zvlášť pro s a p-polarizaci.)

Matice reprezentující průchod materiálem má tvar

$$\overleftrightarrow{M} = \begin{pmatrix} \exp\left(\frac{i2\pi\tilde{n}d}{\lambda \cos(\theta_t)}\right) & 0 \\ 0 & \exp\left(-\frac{i2\pi\tilde{n}d}{\lambda \cos(\theta_t)}\right) \end{pmatrix}, \quad (2.27)$$

kde θ_t je úhel odklonu od kolmice vrstvy. Průchodová matice vyplývá z rovnice (2.9).

Matice přenosu skrze celou soustavu vrstev a substrátu vznikne vynásobením jednotlivých matic přechodu mezi rozhraními a průchodů materiálem:

$$\overleftrightarrow{T} = \overleftrightarrow{R}_{0 \rightarrow 1} \cdot \overleftrightarrow{M}_1 \cdot \overleftrightarrow{R}_{1 \rightarrow 2} \cdots \overleftrightarrow{M}_N \cdot \overleftrightarrow{R}_{N \rightarrow 0}, \quad (2.28)$$

kde index 0 reprezentuje vzduch a N substrát.

Komplexní koeficienty průchodu a odrazu celého systému se získají z prvků matice přenosu:

$$t = \frac{1}{T_{11}}, \quad (2.29)$$

$$r = \frac{T_{21}}{T_{11}}. \quad (2.30)$$

Teoretická spektra se vypočítají podle rovnic (2.17) a (2.16) pro transmitanci, resp. reflektanci. Po vypočtení r zvlášť pro p a s-polarizaci se získají teoretická elipsometrická spektra z rovnice (2.25).

2.4.5 Charakterizace gradientních vrstev

Cílem charakterizace gradientních vrstev je zjištění tloušťky vrstvy a hodnot indexů lomu v závislosti na ose z – profilu vrstvy.

Typickou metodou charakterizace tenkých vrstev (obecně) je namodelování takové vrstvy, která se měření bude co nejvíce blížit. Parametry jsou vhodnou meritní funkcí optimalizovány tak, aby se teoretické křivky spekter co nejvíce shodovaly s měřenými spektry. Jedná se především o spektra transmitanční $T(\lambda)$, reflektanční $R(\lambda)$ a elipsometrická $\Psi(\lambda)$ a $\Delta(\lambda)$. Typickým problémem takové metody je mnohočetnost řešení. Tento problém je možné napravit získáním většího množství dat – měření pod více úhly, kombinací spektrofotometrických a elipsometrických měření nebo zahrnutím neoptických metod (např. transmisní elektronové mikroskopie [24]). Janický et al. ukázali, že měření elipsometrie pod více úhly je důležité pro charakterizaci gradientních AR vrstev, u kterých není zřetelně patrný interferenční vzor reflektančních a transmitančních spekter [25]. Fitování teoretické vrstvy na experimentální data lze provádět v mnoha komerčních programech. Bosch et al. publikoval článek [26], ve kterém představil obecný program pro výpočet multi-vrstev, ve kterém je možné jednoduše aplikovat nové teoretické modely a jiné modifikace. Tento program byl použit i v [25], kde gradientní vrstva byla rozdělena na mnoho homogenních ultra-tenkých vrstev a byla modelována Lorentz–Lorenz modelem. Ukazuje se, že tímto způsobem lze poměrně dobře gradientní vrstvu charakterizovat.

Huang studoval gradientní antireflexní vrstvy metodou FTDT (*finite difference time domain*). Vyšetřoval současně fyzikální a optické vlastnosti gradientní vrstvy Si_xO_y deponované metodou PECVD (*Plasma enhanced chemical vapour deposition*). Strukturální orientaci vrstvy zkoumal metodou XRD (*X-ray diffractometry*), morfologii průřezu pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) a prvkové složení metodou EDS (*energy dispersive spectroscopy*) [27].

3 Experimentální část

Experimentální část diplomové práce byla provedena na oddělení tenkých vrstev ve Výzkumném centru speciální optiky a optoelektronických systémů TOPTEC, Ústav fyziky plazmatu, AV ČR. Práce navazuje na bakalářskou práci bakaláře Kužela [2], z které byla využita jedna funkce programu MATLAB – umožňující vypočítat teoretickou reflektanci, transmitanci a elipsometrii pro známý komplexní index lomu vrstvy. Zatímco výše zmíněná bakalářská práce se zaměřovala na gradientní vrstvu SiO_x , tato práce má za cíl prozkoumat vrstvu SiO_xN_y .

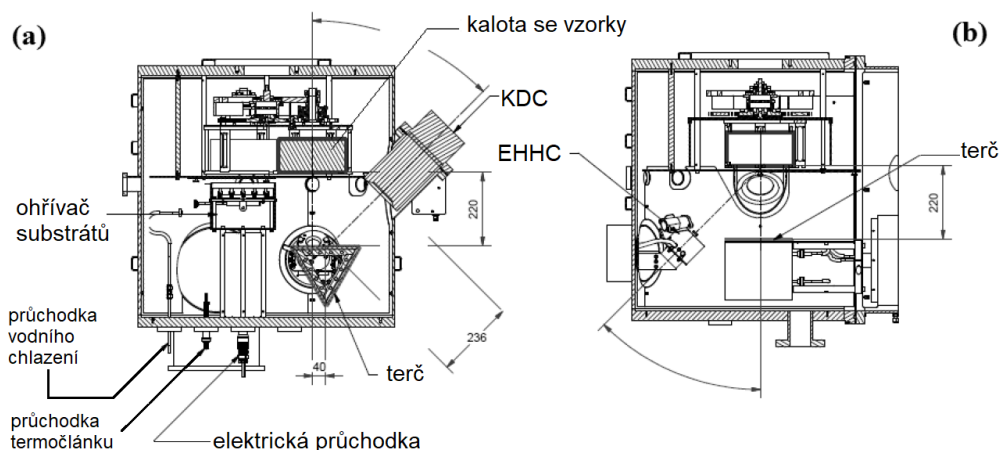
Experimentální část je rozdělena do sekcí dle typu vrstvy, která byla deponována. První sekce se zabývá popisem použité techniky a obecných postupů, které jsou stejné pro všechny typy depozic. Jedná se především o přípravu vzorků: umytí, vložení do vhodných držáků a jejich umístění do depoziční komory. Obecným postupem se také rozumí nastavení primárních iontových děl, které bylo (konkrétně v této práci) stejné pro všechny depozice a vycházelo s dlouholetých zkušeností oddělení tenkých vrstev centra TOPTEC. Druhá sekce se zabývá charakterizací homogenních vrstev deponovaných při různém průtoku kyslíku asistenčním dělem, a tedy vrstev s různým indexem lomu. Třetí sekce popisuje depozici a charakterizaci jednoduchých gradientních vrstev a čtvrtá sekce depozici a popis složitějších gradientních vrstev – úzkopásmových rugate filtrů.

3.1 Použitá technika a obecné postupy při depozicích

3.1.1 Depoziční technika

Vrstvy byly deponovány naprašovacím systémem IBS s iontovou asistencí kompletovaným firmou BESTEC GmbH. Součástí systému je i vakuová technika – hrubá vývěva TriScroll 300 a turbo-vývěva Pfeiffer HiPace 2300. Schéma depoziční komory lze vidět na obrázku 3.1.

Depoziční komora je vyrobena z nerezové oceli, má objem přibližně 150 litrů. Vzorky jsou upevněny držákem na substráty s třemi kalotami. Jednotlivé držáky na



Obrázek 3.1: Schéma depoziční komory v nárysu (a) a v bokorysu (b). Převzato z [28] a upraveno.

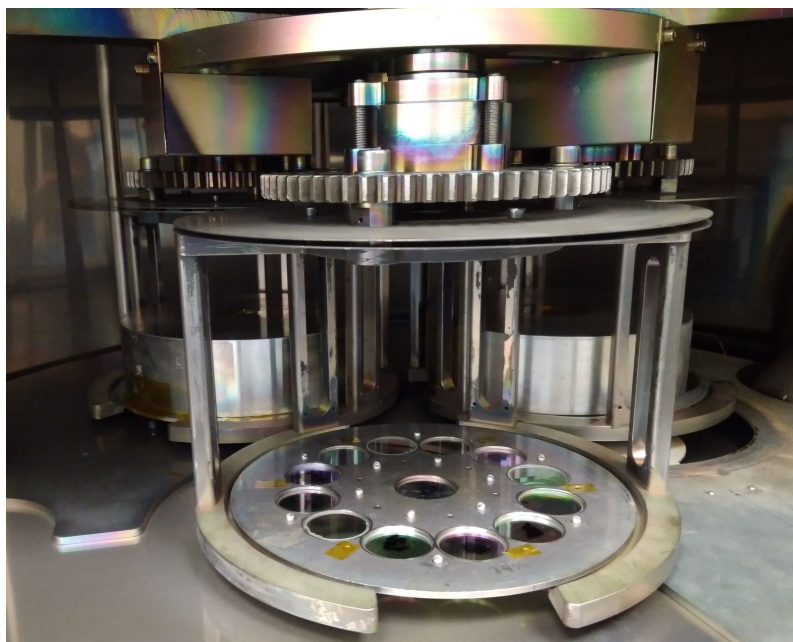
vzorky mohou rotovat okolo vlastních os, dále mohou vykonávat i planetární pohyb. Vzorky jsou od iontových zdrojů odděleny nerezovou clonou, kterou lze rychle otevřít (resp. zavřít) pro rychlé spuštění (resp. přerušení) depozice.

Primárním dělem je mřížkový DC iontový zdroj KRI (*Kaufman & Robinson, Inc.*) KDC75. Procesním plynem je argon. Asistenčním dělem je KRI EH400HC, který se skládá z hlavního iontového zdroje, kterým protéká argon nebo reakční plyny, a neutralizéru (dutá katoda) poháněného argonem. [29]

3.1.2 Příprava vzorků před depozicí

Pro správné pokrytí a adhezi vrstvy je nesmírně důležitá čistota substrátu. Před depozicí je třeba zbavit substrát větších částic prachu a především mastnoty. Všechny vzorky v rámci diplomové práce byly čištěny stejným způsobem:

1. Čištění horkou tekoucí vodou a tření netkanými utěrkami TX404 za použití saponátu značky Jar s vůní granátového jablka.
2. Vložení substrátu na cca deset minut do acetonové koupele.
3. Opláchnutí acetonem a čištění utěrkami TX404.
4. Opláchnutí demineralizovanou vodou.
5. Vysušení pomocí ionizovaného stlačeného vzduchu.
6. Kontrola vzorku nad kolimovaným světlem, případné dočištění zbylých nedostatků mikrovláknými utěrkami a alkoholem.



Obrázek 3.2: V popředí držák substrátů připevněný na kalotě. Většina zobrazených substrátů je z obyčejného skla, slouží tedy pouze jako krytí před proniknutím odprášených částic do horní části komory. V pozadí držáky substrátů včetně nerezového krytu.

Očištěné substráty byly vloženy do vhodných držáků o průměru 30 mm. Jelikož ve většině případů byly deponovány maximálně dva vzorky na jedné kalotě, zbylé otvory v držácích byly zakryty kaptonovou páskou nebo obyčejným sklem. Tím se minimalizuje průnik odprášených částic do horní části komory a její znečištění. Držáky substrátů jsou poté vloženy do komory a přikryty nerezovým krytem. Příklad komory s připravenými substráty lze vidět na obrázku 3.2.

Po uložení substrátů do komory a jejím zavření je třeba vytvořit v komoře vakuum minimálně v řádu 10^{-5} mbar. Po vypuštění je třeba otevřít ventily plynů a aspoň pět minut je vypouštět do komory, aby se vyčistily přívodové plynové trubice. Dalším postupem je iontování substrátů: substráty se nechají ozařovat ionty z asistenčního děla, což celkově zlepšuje adhezní vlastnosti substrátu [30].

3.1.3 Nastavení iontových děl

V následujícím seznamu je rozepsáno nastavení primárního děla. Průtok argonu primárním dělem byl standardně 13 sccm.

BC (<i>beam current</i> – proud iontového svazku):	108 mA
BV (<i>beam voltage</i> – napětí iontového svazku):	600 V
AC (<i>accelerator current</i> – proud akcelérátoru):	7,4 A
AV (<i>accelerator voltage</i> – napětí akcelérátoru):	120 V
EC (<i>emission current</i> – emisní proud):	108 mA
CC (<i>cathode current</i> – katodový proud):	13,7 A
DC (<i>discharge current</i> – proud výboje):	0,88 A
DV (<i>discharge voltage</i> – napětí výboje):	40 V
NC (<i>neutralizer current</i> – proud neutralizátoru):	11,1 V

V následujícím seznamu jsou vypsány parametry nastavení asistenčního děla. Průtoky plynů skrz asistenční dělo jsou popsány v jiných částech DP, průtok argonu skrz dutou katodu byl vždy 8 sccm.

DV (<i>discharge voltage</i> – napětí výboje):	40 V
DC (<i>discharge current</i> – proud výboje):	0,88 A
EC (<i>emission current</i> – emisní proud):	0,7 A
EV (<i>emission voltage</i> – emisní napětí):	40 V
KC (<i>keeper current</i> – proud přes dutou katodu):	1,5 A

Důvodem k vypsání parametrů nastavení je opakovatelnost depozic, jejich význam je popsán např. v [29]).

3.1.4 Měření vzorků

K charakterizaci tenkých vrstev byl použit elipsometr Sentech SE850 a spektrofotometr Photon RT od firmy Essent Optics schopný měřit v rozsahu vlnových délek 380–3500 nm.

Elipsometrická spektra byla měřena pod úhlem 70° pro vlnové délky v rozsahu 280–850 nm. Data byla exportována do textového souboru, ze kterého byla následně importována do MATLAB k dalšímu zpracování. K měření elipsometrem byly využívány mikrosploty. Využitím mikrosplotů společně s dostatečně tlustým substrátem (2 mm) se redukuje odraz od zadní strany.

Reflektance vzorků byla měřena pro úhly 8, 20, 30, 40, 50, 60 a 70 stupňů. Transmittance byla měřena pro výše uvedené úhly, navíc i pro úhel 4°. Proměřované je spektrum v rozsahu vlnových délek 380–980 nm. Data jsou ukládána do .xls souboru a lze je pomocí interní funkce (vytvořené ing. Jiřím Junkem) importovat do MATLAB. Je však třeba vytvořit nadstavbovou funkci pro seřazení importovaných dat do matic daného tvaru pro další zpracování (viz dále podkapitola 3.2.2).

3.2 Homogenní vrstvy

Účelem této části experimentu bylo zjistit závislost indexu lomu deponované vrstvy na průtoku kyslíku asistenčním dělem.

V bakalářské práci [2], na kterou tato práce navazuje, byl deponován čistý křemík a připouštěn kyslík. Byly tedy deponovány vrstvy SiO_x . Z naměřených křivek transmitance a reflektance lze vyčíst, že při depozici čistého křemíku dochází k výraznému zvýšení absorpce vrstvy, především v nízkých vlnových délkách. V počátečních experimentech v rámci této DP byla zjištěna velmi silná reakce kyslíku s křemíkem, což způsobovalo prudké snížení indexu lomu již při velmi nízkém průtoku kyslíku. Jako vhodné řešení se ukázal přestup na depozici vrstev SiO_xN_y .

Po instalaci nového měřicího přístroje pro průtok (*measure flow controller*, dále jen MFC), bylo možné spolu s kyslíkem připouštět přes asistenční dělo také dusík. Průtok dusíku asistenčním dělem byl maximální možný pro použité MFC. Dusík se tak vázal na křemík přednostně a reakce kyslíku nebyla tak agresivní. Zároveň vrstva vzniklá při nulovém průtoku kyslíku (více či méně stechiometrický Si_3N_4) vykazovala oproti čistému křemíku velmi nízkou absorpci.

Pracovním postupem této části experimentu bylo vytvořit několik vzorků homogenních vrstev SiO_xN_y , které byly deponovány za různého průtoku kyslíku asistenčním dělem. Tyto vzorky bylo třeba proměřit na spektrofotometru a elipsometru, fitovat s teoretickými křivkami a zjistit jejich spektrum indexu lomu a reálnou tloušťku. Během ladění celého procesu bylo deponováno 28 homogenních vrstev, z toho do výsledného vyhodnocení bylo použito 16 (poslední dvě sady vzorků). Zbylé vzorky sloužily k optimalizaci depozičního procesu.

3.2.1 Depozice

Depozice homogenních vrstev probíhala automatickým způsobem programem zvaný Aleph (jedná se o interní program centra TOPTEC na bázi MATLAB® vytvořený ing. Jiřím Budaszem). Do programu se skrze rozhraní zadávají konfigurační soubory, které obsahují informace o terči a nastavení primárního i sekundárního iontového děla. Každý deponovaný materiál má svůj vlastní konfigurační soubor. Dále se v programu nastaví kalota, na kterou má být deponováno, a cílová tloušťka spolu se způsobem její kontroly. Ve všech případech byla nastavena cílová tloušťka 250 nm.

K monitoringu tloušťky vrstvy byl používán pouze křemenný zlacený krystal, optický monitoring nebyl využit, protože nebyl znám model deponovaného materiálu.

Informace o hustotě a akustické impedanci deponovaného materiálu byly zadané v materiálových konfiguračních souborech. Vzhledem k tomu, že během depozice nebylo třeba měřit tloušťku naprášené vrstvy přesně, byly ve všech materiálových konfiguračních souborech zaneseny pouze vlastnosti Si_3N_4 . Při depozici vrstev s vyšším průtokem kyslíku tedy bylo předem zřejmé, že bude deponována tlustší vrstva, protože hustota SiO_xN_y klesá se zvyšujícím se koeficientem x).

Původně se používal k regulování průtoku kyslíku MFC s maximálním průtokem 50 sccm a k regulaci dusíku MFC s maximálním průtokem 20 sccm. Jelikož však bylo třeba regulovat kyslík jemněji v nízkých průtocích a zároveň zajistit co největší nitridování vrstvy, byly pro poslední sadu vzorků tyto MFC prohozeny. Do finálního zpracování byly využity poslední dvě sady vzorků – pro obě nastavení MFC.

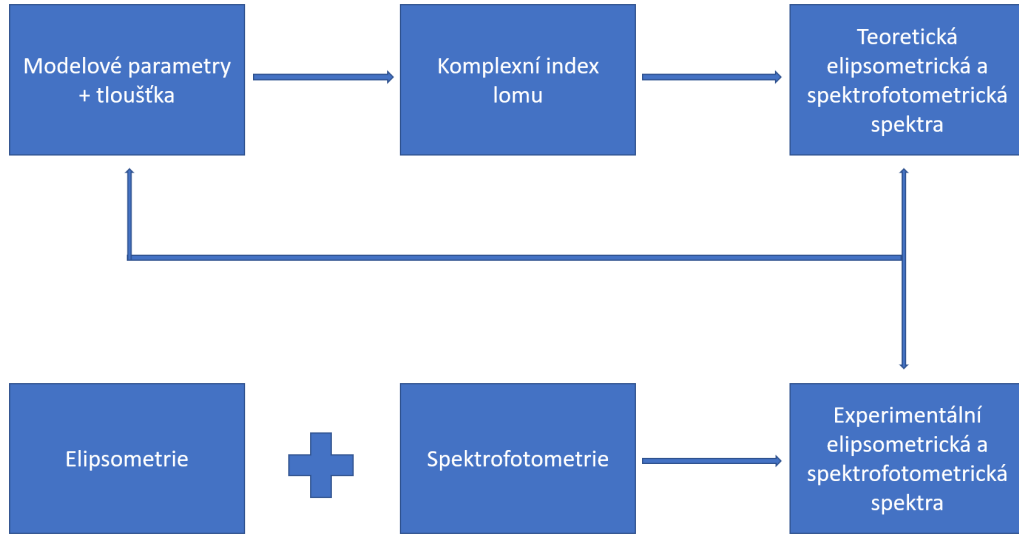
Vzorky s vyšším indexem lomu byly deponovány na substrát N-BK7, naopak vzorky s nižším indexem lomu byly deponovány na substrát N-SF10. Z prvních testovacích depozic bylo jisté, že se indexy lomu při nejvyšších průtocích kyslíku blíží indexu lomu N-BK7 ($n = 1,52$). N-SF10 má vyšší index lomu ($n = 1,73$), proto při depozici nižších indexů lomu zůstává zachován kontrast, díky kterému je možno změřit vrstvu přesněji.

3.2.2 Zpracování dat

Data změřená na spektrofotometru a elipsometru byla zpracována pomocí skriptu vytvořeného v programu MATLAB. Schéma principu zpracování je zobrazené na obrázku 3.3.

Importem naměřených spektrofotometrických dat do MATLAB byly vytvořeny matice ET (experimentální transmittance) a ER (experimentální reflektance). Řádky matic obsahovaly různé vlnové délky, sloupce matic různé úhly dopadu. Vlnové délky importovaných elipsometrických funkcí Ψ a Δ byly interpolovány na délky naměřené pomocí spektrofotometru. Jelikož elipsometr má měřicí rozsah pouze do 850 nm, byly hodnoty pro vyšší vlnové délky nastaveny na nulu. Tím se zkompletovala experimentální spektra – spodní řádek na obrázku 3.3.

Horní řádek oproti tomu ukazuje postup vytvoření teoretických elipsometrických a spektrofotometrických matic. Z textového konfiguračního souboru byly načteny počáteční parametry modelu a tloušťka. Program rozpozná z počtu parametrů, jedná-li se o Cauchyho, Lorentzův, nebo Tauc–Lorentzův model. Z těchto parametrů se vypočítá teoretický komplexní index lomu, z něhož se pomocí funkce *RefATra.m* (převzatá z [2] a vylepšená) vypočítají teoretické hodnoty elipsometrie a spektrofotometrie (teorie fungování této funkce viz 2.4.4). Teoretická spektra byla počítána



Obrázek 3.3: Schéma zpracování dat homogenních vrstev.

pro stejné úhly a vlnové délky, které byly měřeny spektrofotometrií. Tyto hodnoty pak byly programem uspořádány do matic stejného tvaru jako experimentální data. Vznikly tak teoretické matice reflektance (TR), transmitance (TT) atd.

Díky tomuto uspořádání lze vytvořit meritní funkci, která kvantifikuje rozdíly mezi teoretickými a naměřenými hodnotami. Vzorec pro výpočet meritní funkce je

$$\text{MSE} = \frac{1}{\eta_T + \eta_R + \eta_\Delta + \eta_\Psi} \left(\eta_T \sqrt{\sum_{\theta, \lambda} (\text{TT}_{\theta\lambda} - \text{ET}_{\theta\lambda})^2} + \eta_R \sqrt{\sum_{\theta, \lambda} (\text{TR}_{\theta\lambda} - \text{ER}_{\theta\lambda})^2} \right. \\ \left. + \eta_\Delta \sqrt{\sum_{\theta, \lambda} (\text{T}\Delta_{\theta\lambda} - \text{E}\Delta_{\theta\lambda})^2} + \eta_\Psi \sqrt{\sum_{\theta, \lambda} (\text{T}\Psi_{\theta\lambda} - \text{E}\Psi_{\theta\lambda})^2} \right), \quad (3.1)$$

kde η označuje váhu dané odchylky. Váhy byly nastaveny tak, aby velikosti jednotlivých odchylek byly podobné, protože hodnoty spektrofotometrických dat se pohybují v rozmezí 0–1, kdežto čísla reprezentující elipsometrické funkce se pohybují od 0 do 359 (počítají-li se ve stupních). Ve výpočtech celé DP bylo počítáno s váhami: $\eta_T = 5$, $\eta_R = 5$, $\eta_\Psi = 0,5$ a $\eta_\Delta = 0,05$.

Parametry modelu a tloušťka vrstvy byly poté fitovány tak, aby meritní funkce byla minimalizována. Meritní funkce všech vzorků byla minimalizována pomocí 200 iterací matlabovské funkce *fminsearch*, která využívá simplexovou metodu [31]. Výsledné parametry modelu s tloušťkou vrstvy a konečnou hodnotou meritní funkce byly uloženy ve formě textového souboru. Ve formě obrázku byla uložena porovnání všech teoretických a experimentálních dat. Disperze indexu lomu a indexu absorpce

byly uloženy jak ve formě tabulky v textovém souboru, tak ve formě grafu. Dohromady se jedná o 8 různých souborů pro jeden vzorek. Jelikož drtivá většina souborů má jen kontrolní funkci, je přiložen pouze příklad porovnání počátečních teoretických, experimentálních a fitovaných křivek elipsometrických spekter a transmitancí s-polarizace pod různými úhly vzorku S200317-2 na obrázku 3.4.

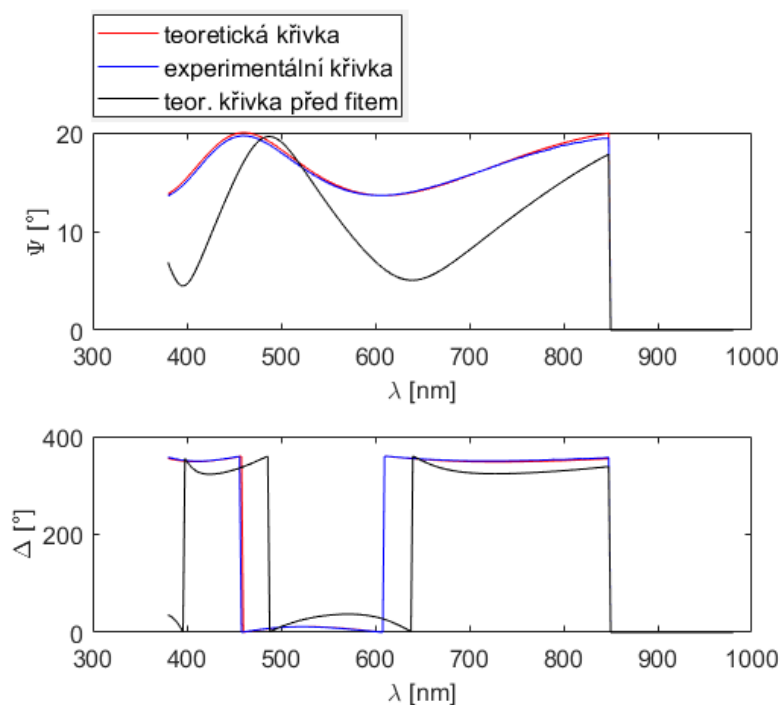
3.2.3 Výsledky

Výsledky pro předposlední a poslední sadu vzorků jsou zobrazeny v tabulkách 3.1 a 3.2. Jak již bylo psáno v 3.2.1, předposlední sada byla deponována při vpouštění 20 sccm dusíku, poslední při 50 sccm. Zároveň výměnou MFC bylo možné jemněji ovládat průtok kyslíku asistenčním dělem.

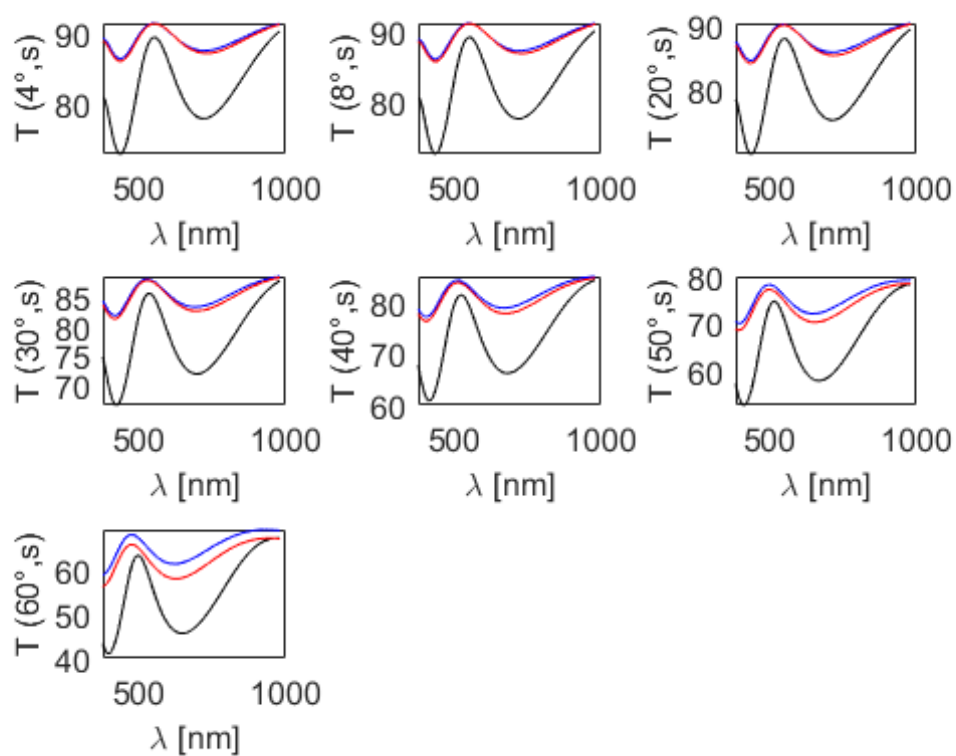
Z obou tabulek je zřejmé, že s rostoucím průtokem kyslíku se deponuje tlustší vrstva (diskutováno v 3.2.1). Z tabulky 3.1 lze vyčíst, že větší MFC nebylo schopné přesně regulovat průtok kyslíku pod hodnotou 1 sccm. To je také důvodem, proč se tloušťky a indexy lomu téměř rovnají. Špatné fungování tohoto MFC při regulaci dokazuje taky skutečnost, že přes nastavení 0,8 sccm byl průtok zobrazovaný softwarem 0,4 sccm. Reálný průtok se však zjevně blížil nule. Z porovnání obou tabulek lze usuzovat, že větší průtok dusíku neměl žádný vliv ani na index lomu, ani na index absorpce. Průtok dusíku 20 sccm je tedy dostačující k plné nitridaci vrstvy. Vypsání indexy absorpce vykazují poměrně chaotické chování, lze tedy usuzovat, že ve skutečnosti představují čísla blízka nule, která nelze přesněji určit.

Pro účely DP je však nejzásadnější závislost indexu lomu na průtoku kyslíku. Je zjevné, že závislost je monotónní klesající funkce. Na obrázku 3.5 jsou zobrazeny body této závislosti pro obě zpracované sady vzorků. Pro získání kalibrační křivky byla použita data poslední sady, protože tato sada má vypovídající výsledky i při nízkých průtocích kyslíku. Křivka byla získána proložením polynomem čtvrtého stupně. Výsledný graf je na obrázku 3.6. Byla vytvořena tabulka bodů vzniklé kalibrační křivky, kde byly vyhodnoceny indexy lomu pro průtoky od 0 do 3 sccm v krocích po 0,1 sccm. Tato tabulka byla použita v další části DP (viz sekce 3.4).

Byly úspěšně získány modely indexu lomu pro jednotlivé průtoky kyslíku asistenčním dělem, které umožňují ve viditelné oblasti ladit deponovaný index lomu v rozsahu přibližně 1,55–2,05. Po zjištění této kalibrační křivky bylo možné přistoupit k depozici gradientních vrstev.



(a)



(b)

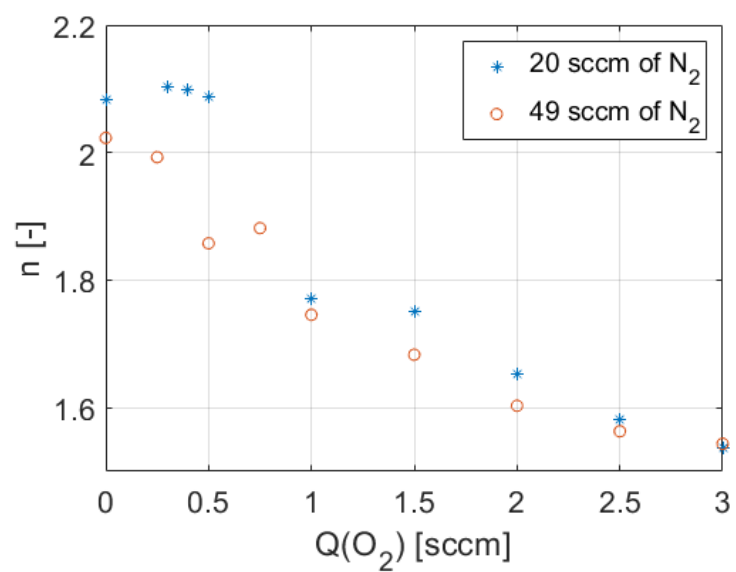
Obrázek 3.4: Porovnání počátečních teoretických, experimentálních a fitovaných křivek spekter vzorku S200317-2. a) elipsometrické funkce Ψ a Δ , b) transmittance s-polarizace pro různé úhly.

Tabulka 3.1: Přehledová tabulka výsledků fitování předposlední sady vzorků homogenních vrstev při průtoku dusíku 20 sccm. Zobrazení tloušťky, indexu lomu a absorpce na $\lambda = 500$ nm a výsledné hodnoty meritní funkce (MSE).

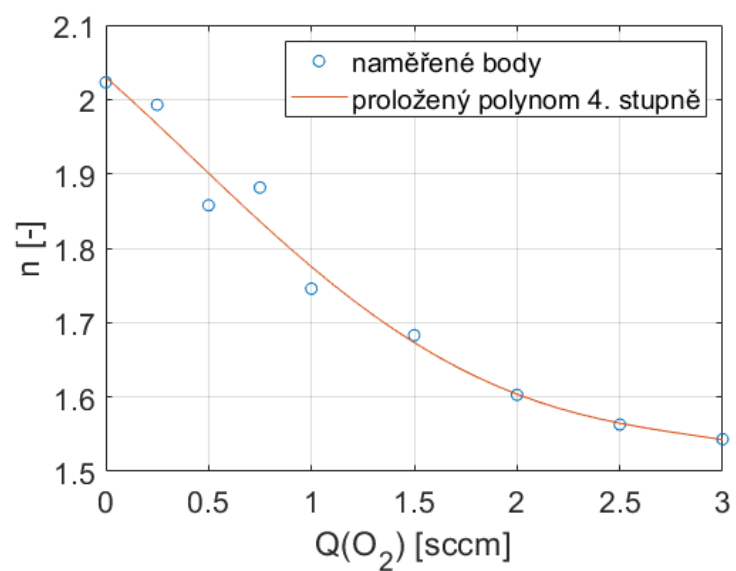
Q(O ₂) [sccm]	Depozice	Substrát	d [nm]	n [-]	k [-]	MSE [-]
0,00	S200311-1	N-BK7	288	2,082	$1,6 \cdot 10^{-3}$	1,19
0,30	S200311-2	N-BK7	288	2,102	$1,4 \cdot 10^{-3}$	1,05
0,40	S200311-3	N-BK7	285	2,098	$1,4 \cdot 10^{-3}$	1,05
0,50	S200220-1	N-BK7	293	2,087	$4,6 \cdot 10^{-4}$	2,19
1,00	S200218-1	N-BK7	317	1,772	$2,0 \cdot 10^{-4}$	1,58
1,50	S200220-2	N-BK7	314	1,752	$1,7 \cdot 10^{-4}$	1,11
2,00	S200218-2	N-SF10	311	1,652	$2,1 \cdot 10^{-5}$	1,02
2,50	S200220-3	N-SF10	341	1,581	0	1,31
3,00	S200218-3	N-SF10	344	1,537	0	1,10

Tabulka 3.2: Přehledová tabulka výsledků fitování poslední sady vzorků homogenních vrstev při průtoku dusíku 50 sccm. Zobrazení tloušťky, indexu lomu a absorpce na $\lambda = 500$ nm a výsledné hodnoty meritní funkce (MSE).

Q(O ₂) [sccm]	Depozice	Substrát	d [nm]	n [-]	k [-]	MSE [-]
0,00	S200312-1	N-BK7	295	2,023	$2,7 \cdot 10^{-3}$	1,63
0,25	S200313-1	N-BK7	291	1,993	$2,4 \cdot 10^{-3}$	1,21
0,50	S200317-1	N-BK7	299	1,858	$5,1 \cdot 10^{-4}$	1,90
0,75	S200313-2	N-BK7	303	1,882	$1,5 \cdot 10^{-3}$	1,41
1,00	S200318-1	N-BK7	327	1,746	$5,7 \cdot 10^{-4}$	1,64
1,50	S200317-2	N-BK7	328	1,683	$4,8 \cdot 10^{-6}$	0,86
2,00	S200318-2	N-BK7	349	1,603	$1,2 \cdot 10^{-3}$	1,55
2,50	S200319-1	N-SF10	352	1,563	$6,6 \cdot 10^{-6}$	1,25
3,00	S200319-2	N-SF10	357	1,543	$1,1 \cdot 10^{-4}$	1,54



Obrázek 3.5: Bodový graf závislosti indexu lomu na průtoku kyslíku pro obě sady vzorků.



Obrázek 3.6: Data z poslední sady proložená polynomem čtvrtého stupně.

3.3 Gradientní vrstvy

Cílem této sekce experimentální kapitoly DP bylo ověření, zdali profil indexu lomu vyrobené gradientní vrstvy odpovídá změřené závislosti indexu lomu na průtoku kyslíku z předchozí sekce. Dalším úkolem bylo ověřit citlivost měřicích metod na offset profilu indexu lomu – tedy posun o konstantní hodnotu při zachování tvaru profilu.

3.3.1 Depozice

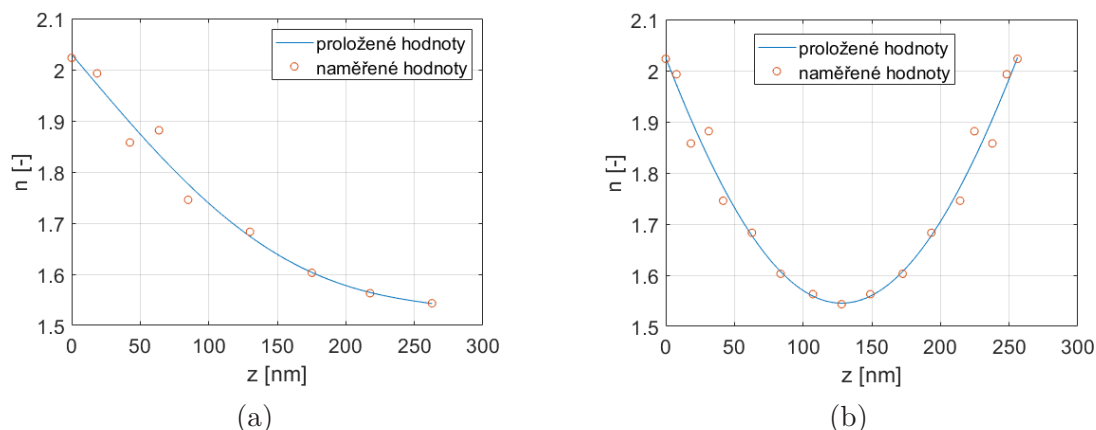
Princip depozice gradientní vrstvy spočíval v řízení průtoku kyslíku asistenčním dělem. Jak bylo ukázáno v předchozí sekci 3.2, množství vpouštěného kyslíku ovlivňuje deponovaný index lomu. Při kontinuální změně průtoku kyslíku by se tedy měl kontinuálně měnit i index lomu vrstvy. U depozic v rámci DP byl průtok měněn kvazi-kontinuálně – byly deponovány tenké subvrstvy při jednom nastavení průtoku po krátkou dobu (v poměru k celkové době depozice).

Původní skript na deponování gradientních vrstev byl sestaven v rámci [2]. Ten využíval propojení MATLAB a IBS pomocí protokolu TCP/IP. Několik testovacích vrstev bylo vytvořeno tímto způsobem, avšak nestabilita spojení nejednou způsobila ukončení komunikace – MATLAB posílal příkazy, na které nebylo depozičním zařízením reagováno. Od tohoto způsobu bylo nakonec ustoupeno.

Ve spolupráci s ing. Jiřím Budaszem byl vytvořen komunikátor skrz systém Aleph. Komunikace mezi MATLAB a IBS byla zajišťována pomocí Aleph, zároveň bylo možné vytvořit skript, který posílal do serveru IBS příkazy s nastavením asistenčního děla – především průtoku kyslíku. Tento způsob se ukázal být velmi stabilním. Principiálně se jednalo o funkci timer, který v daných okamžicích vstoupil do spojení Aleph–IBS a poslal skrze Aleph příkaz. Byla vytvořena globální časová proměnná, určující čas začátku depozice. Všechny další proměnné byly navázány na její rozdíl od současného času – tedy počet sekund uběhlých od počátku deponování. Tvar gradientní vrstvy byl dán vytvořenou funkcí *time2scm.m* určující závislost průtoku kyslíku na uplynulém čase.

Deponovány byly dva vzorky s různým profilem indexu lomu (viz obrázek 3.7):

1. Vzorek S200330-1 s profilem indexu lomu ve tvaru „\“. Časové rozestupy mezi subvrstvami činily 40 s.
2. Vzorek S200330-2: Profil indexu lomu ve tvaru „U“, časové rozestupy mezi subvrstvami 20 s.



Obrázek 3.7: Profily a) „\“ a b) „U“ indexu lomu gradientních vrstev bez nastaveného offsetu pro vlnovou délku 500 nm.

V obou případech byl substrátem zvolen N-BK7, tloušťka byla cílena na 200 nm, k tomu bylo třeba odhadnout rychlost depozice. Ta byla odhadnuta na 0,05 nm/s z průměrné rychlosti vykazované monitorovacím křemenným krystalem.

3.3.2 Zpracování dat

K zpracování dat bylo třeba vytvořit další program v MATLAB. V základu je program postaven na stejných pilířích, jako výše popisovaný program pro zpracování homogenních vrstev – porovnávání teoretických spekter s reálnými a minimalizace meritní funkce charakterizují rozdíly mezi spektry.

Ze znalosti průběhu depozice byl vypočítán předpokládaný profil indexu lomu gradientní vrstvy. Například u profilu ve tvaru „\“ bylo dané, že v čase $t = 0$, tedy v souřadnici $z = 0$, byla hodnota indexu lomu odpovídající 0 sccm průtoku kyslíku. Podobně v čase odpovídající konci depozice byl deponován index lomu odpovídající 3 sccm průtoku kyslíku – to odpovídá $z = d$, kde d je celková tloušťka vrstvy, která je známá jen v přibližné hodnotě změřené krystalem, popř. odhadnuté délkou depozice. Ostatní známé body indexu jsou mezi nimi rovnoměrně rozprostřeny, protože změna průtoku kyslíku probíhala v lineární závislosti s časem.

Znamé body byly proloženy polynomem čtvrtého stupně a teoretická spektrofotometrická a elipsometrická spektra takového profilu byla porovnávána s naměřenými spektry. Volným parametrem byla celková tloušťka vrstvy, tvar profilu indexu lomu byl zafixován.

Dále bylo třeba ověřit, zdali offset profilu indexu lomu nelze kompenzovat zvýšením tloušťky a naopak. Tato skutečnost by znamenala, že nelze jednoznačně určit

jednu charakteristiku vrstvy bez znalosti druhé. Celý proces výpočtů a fitu byl tedy zopakován pro posunuté profily v rozmezí $\pm 5\%$ s krokem 1% .

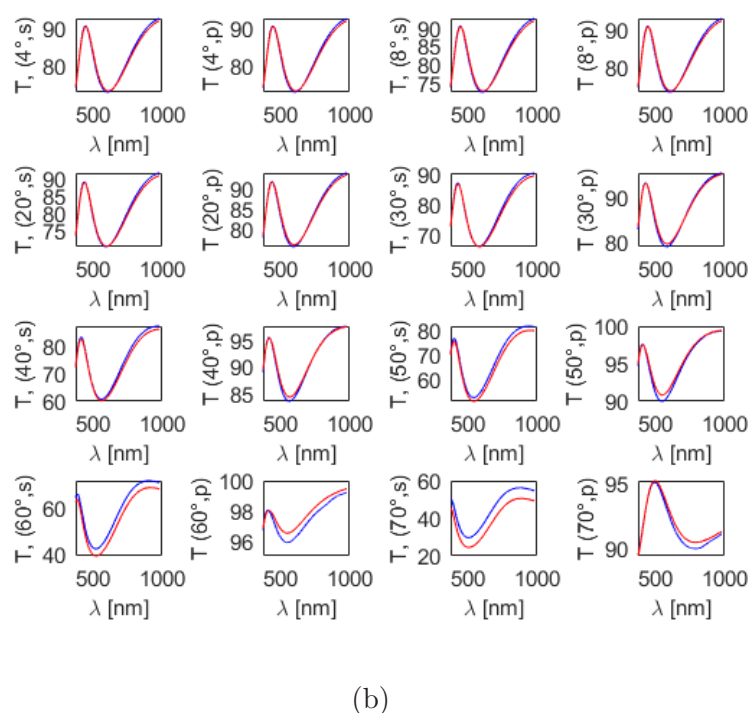
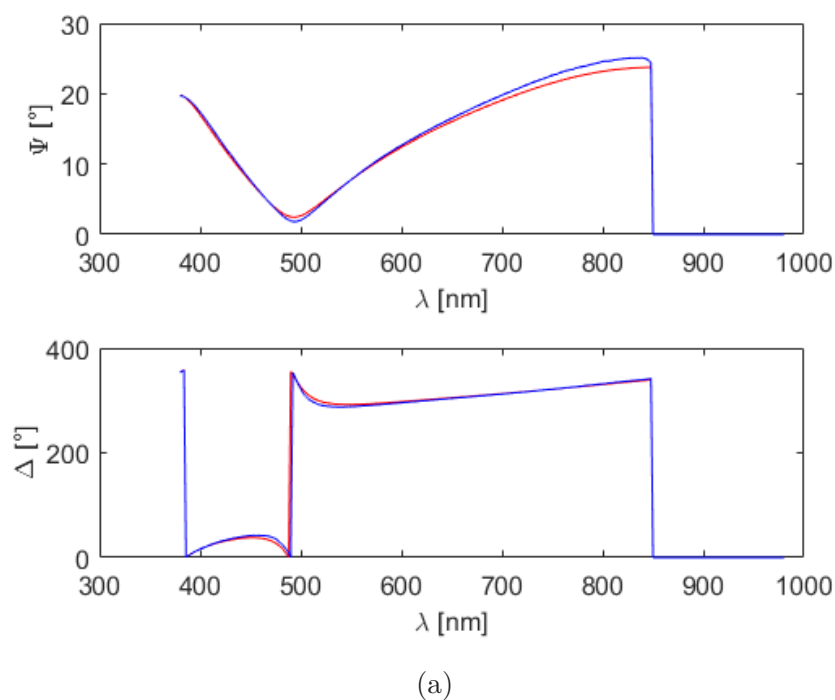
3.3.3 Výsledky

Profily indexu lomu pro $\lambda = 500\text{ nm}$ jsou vyobrazeny na obrázku 3.7. V tabulce 3.3 jsou vypsány fitované tloušťky a konečné hodnoty meritní funkce pro offsety v rozmezí $\pm 5\%$ obou profilů. Je zřejmé, že se zvyšujícím se offsetem program kompenzuje chybějící optickou dráhu větší fyzickou tloušťkou vrstvy. Nicméně je znát výrazná citlivost konečné hodnoty meritní funkce na offsety i v řádech jednotek procent (viz obrázek 3.9). To znamená, že kompenzace přidáním fyzikální tloušťky není dostatečná a že obě tyto charakteristiky je možné optickými metodami určit. Z tabulky zároveň vyplývá, že profily sestavené způsobem sepsaným v podkapitole 3.3.2) byly offsetem odchýleny od skutečnosti nejhůře o 2% .

Výsledné tloušťky ukazují, že předpokládaná rychlost depozice $0,05\text{ nm/s}$ byla podhodnocena. Jsou-li jako reálné tloušťky brány ty s nejnižší hodnotou meritní funkce, v případě profilu ve tvaru „\“ byla reálná rychlost o cca 35% vyšší než předpokládaná, v případě profilu ve tvaru „U“ byla vyšší o cca 26% . Ve výsledcích předchozí sekce (část 3.2.3) byla patrná závislost deponované tloušťky na indexu lomu vznikající vrstvy. Možným vysvětlením je nastavení monitorujícího křemého krystalu na stechiometrický Si_3N_4 . Odhadovat rychlost na základě krystalu tedy nebylo vhodné. Neshodnost tloušťky obou profilů může naznačovat závislost rychlosti depozice na deponovaném indexu lomu.

Na obrázku 3.8 je ukázáno porovnání fitovaných a naměřených spekter pro transmitanci pod různými úhly a elipsometrická spektra. Obrázek konkrétně ukazuje případ profilu ve tvaru „U“ bez offsetu a graficky ilustruje přesnost fitu při hodnotě meritní funkce 3,48. Při hodnotách meritní funkce menších než 2 spektra téměř splývají.

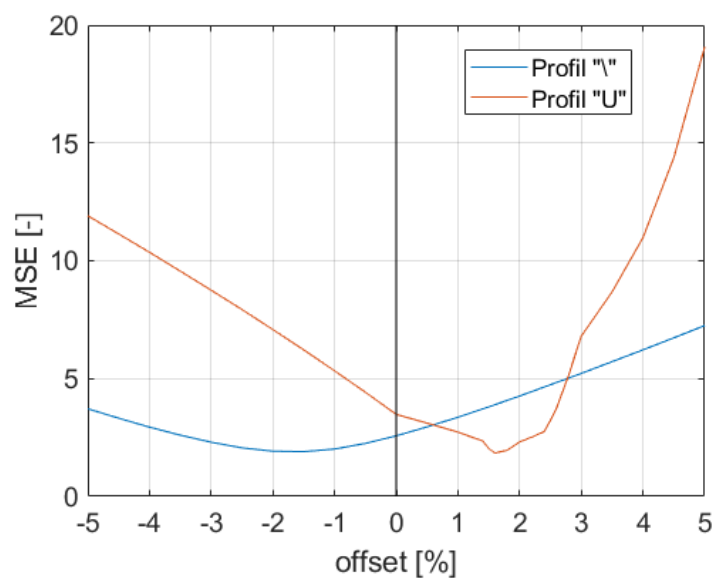
Na dvou vrstvách s jednoduchým gradientním profilem indexu lomu bylo potvrzeno, že proměnným průtokem kyslíku asistenčním dělem se mění deponovaný index lomu v souladu s kalibrační křivkou změřenou v předchozí sekci experimentální části DP. Jelikož použitý model zahrnuje všechny lineární vlastnosti materiálu pod různými úhly, je využito téměř maximálního množství informací o dané vrstvě. Společně s výraznou shodou fitovaných a naměřených spekter lze jen těžko pochybovat o správnosti výsledků. Proto bylo možné přistoupit k depozici vrstev se složitějším průběhem profilu indexu lomu.



Obrázek 3.8: Porovnání naměřených (modrá barva) a fitovaných spekter (červená barva) profilu indexu lomu ve tvaru „U“ (vzorek S200330-2) bez offsetu. a) Elipsometrická spektra. b) Spektra transmitancí pro různé úhly a polarizace. Hodnota meritní funkce je v tomto případě 3,48.

Tabulka 3.3: Přehledová tabulka výsledků fitování tloušťky gradientních vrstev a výsledné meritní funkce (MSE) pro různé offsety obou profilů indexu lomu.

offset [%]	Profil tvaru „\“		Profil tvaru „U“	
	d [nm]	MSE [-]	d [nm]	MSE[-]
-5	283	3,72	272	11,91
-4	278	2,94	268	10,36
-3	274	2,30	265	8,75
-2	270	1,92	262	7,08
-1	267	2,01	259	5,33
0	263	2,57	256	3,48
1	259	3,36	253	1,84
2	256	4,26	250	3,75
3	252	5,22	248	6,80
4	249	6,22	245	10,98
5	246	7,25	243	19,07



Obrázek 3.9: Závislost velikosti meritní funkce (MSE) na offsetu profilu indexu lomu.

3.4 Rugate filter

Se znalostí závislosti deponovaného indexu lomu na průtoku plynu asistenčním dělem, bylo možné deponovat rugate filter (dále jen RF). V případě shody modelovaného a deponovaného RF by se opět potvrdila změřená závislost a schopnost ovládat daným systémem i depozici složitých gradientních vrstev. Byly deponovány dva RF, první byl pouze testovací, avšak jeho výsledky byly natolik dobré, že byly do DP začleněny.

3.4.1 Modelování průběhu indexu lomu

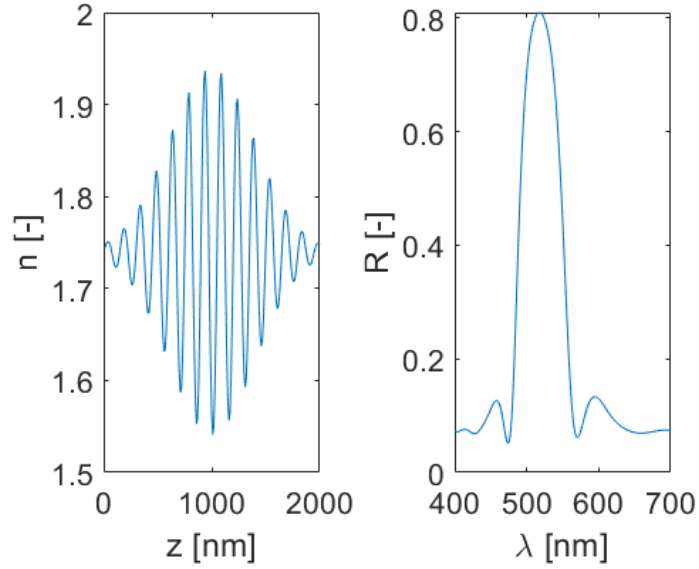
Oba RF byly modelovány v MATLAB, cíleno bylo na celkovou tloušťku vrstvy $2\text{ }\mu\text{m}$ a maximální reflektanci v oblasti vlnové délky cca 500 nm . Namodelovány byly průběhy indexu lomu v závislosti na ose z (obrázky 3.10 a 3.11). Vzhledem k tomu, že depozice každé subvrstvy byla určena časovým intervalem, bylo nutné určit čas pro depozici každé subvrstvy. Nezávislá proměnná z byla tedy vydělena předpokládanou rychlostí depozice. Zde se nachází slabé místo celého procesu – rychlost depozice se těžko odhaduje a je zřejmě také závislá na průtoku plynů (viz 3.3.3). Pro přesnou depozici by bylo třeba vytvořit kalibrační křivku i pro rychlost depozice.

RF1

První RF byl zkušební a měl určit, zdali depozice proběhne bez komplikací a jestli výsledná reflektance bude aspoň částečně odpovídat modelům. Průběh indexu lomu byl vytvořen jako Gaussovou funkcí modulovaná sinusová funkce. Všechny parametry byly nastavené tak, aby se pík reflektance pohyboval přibližně u cílové vlnové délky 520 nm . Průběh indexu lomu byl nakonec dán rovnicí

$$n(z) = n_0 + n_{\text{amp}} \sin\left(\frac{2\pi z}{P}\right) \exp\left(-\frac{(z-d)^2}{2\sigma^2}\right), \quad (3.2)$$

kde $n_0 = 1,74$ je střední hodnota indexu lomu RF, $n_{\text{AMP}} = 0,2$ je maximální odchylka od n_0 , $P = 150\text{ nm}$ značí periodu oscilací indexu lomu, $d = 2000\text{ nm}$ je celková tloušťka RF a $\sigma = \frac{d}{5} = 400\text{ nm}$ reprezentuje šířku obáلكové funkce. K ověření (teoretické) reflektance byly využity výpočty popsané v 3.2.2. Výsledný průběh indexu lomu a předpokládaná reflektance jsou zobrazeny na obrázku 3.10. Nezávislá prostorová proměnná z byla převedena na časovou vydělením průměrnou rychlostí



Obrázek 3.10: Vlevo: zobrazení průběhu indexu lomu v RF1. Vpravo: vypočítaná předpokládaná reflektance s-polarizace pro úhel dopadu 8° .

depozice $R = 0,05$ nm/s. Tato hodnota byla získána z monitorovacího krystalu jako průměrná rychlost depozice. Byla vygenerována tabulka časové závislosti deponovaného indexu lomu.

RF2

Při modelování RF2 byl zvolen výrazně rigoróznější přístup. Byl využit běžně používaný průběh indexu lomu převzatý z [17] s tvarem

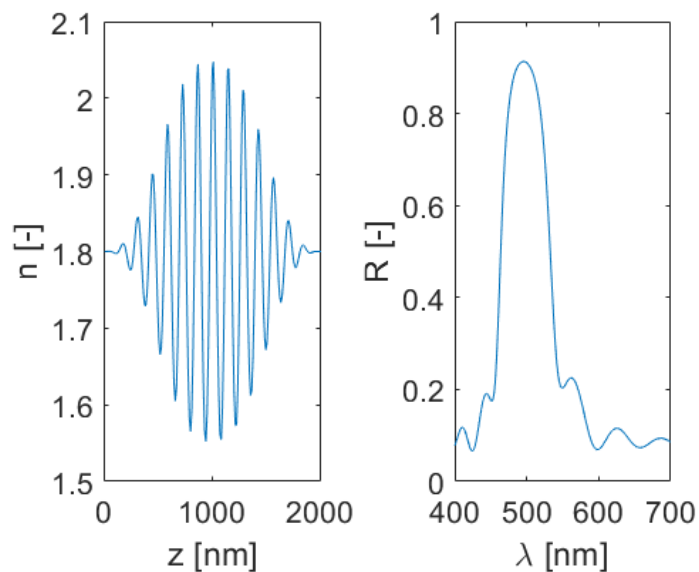
$$n(z') = n_0 + n_{\text{AMP}} A(z') \sin\left(\frac{4\pi z}{\lambda}\right). \quad (3.3)$$

Osa z' představuje optickou tloušťku. Obálka sinusovky je modulována polynomm pátého řádu

$$A(z') = 10t^3 - 15t^4 + 6t^5. \quad (3.4)$$

Proměnná t je normalizovaná optická tloušťka dána vztahy

$$t = \begin{cases} \frac{2z'}{d'}, & z' < \frac{d'}{2} \\ \frac{2(d' - z')}{d'}, & z' > \frac{d'}{2}, \end{cases} \quad (3.5)$$

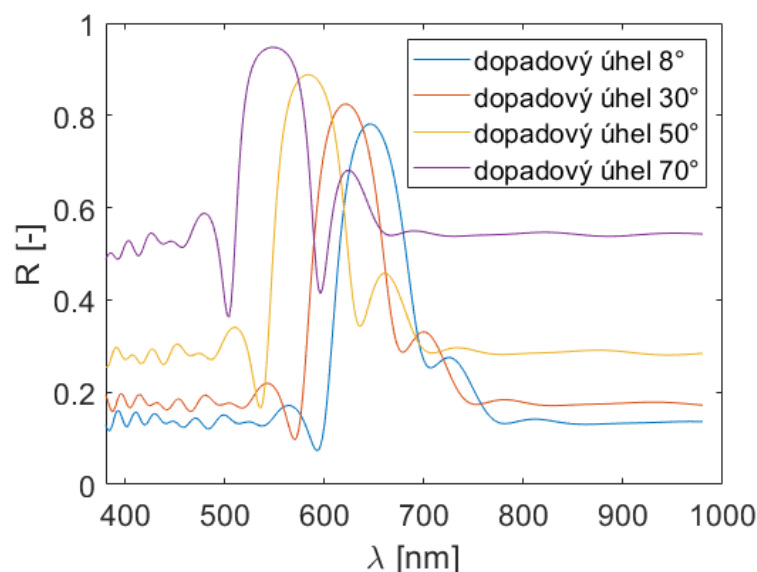


Obrázek 3.11: Vlevo: zobrazení průběhu indexu lomu v RF2. Vpravo: vypočítaná předpokládaná reflektance s-polarizace pro úhel dopadu 8° .

kde d' je celková optická tloušťka RF. Střední index lomu byl posunut na $n_0 = 1,8$, amplitudu indexu lomu bylo možné zvětšit na $n_{AMP} = 0,25$. RF2 byl modelován pro vlnovou délku 500 nm a pro celkovou fyzickou tloušťku 2000 nm. Celková optická tloušťka (d') byla zadána jako cílová tloušťka násobená středním indexem lomu n_0 . Výsledný průběh indexu lomu a předpokládaná reflektance jsou zobrazeny na obrázku 3.11. Odhad rychlosti depozice byl zvýšen na 0,0625 nm/s. Tato hodnota byla získána průměrem reálných rychlostí depozice při průtocích 1 a 1,5 sccm (takový je průtok při depozici n_0). Reálné rychlosti byly získány podělením vypočítané tloušťky zjištěné fitováním v 3.2.3 a celkovým časem depozice přičteného z .log souboru příslušejícího k dané depozici. Byla vygenerována časová závislost deponovaného indexu lomu (ve formě textového souboru).

3.4.2 Depozice

Depozice probíhala skrze systém popsany již v 3.3.1. Závislost průtoku kyslíku na čase byla tentokrát dána tabulkovými hodnotami. Výstupem modelu každého RF byla tabulka závislosti indexu lomu na čase. Z kalibrační křivky zkoumané v 3.2.3 bylo známo, jaký průtok kyslíku asistenčním dělem odpovídá danému indexu lomu. Depoziční skript spojil tyto informace a vysílal v daný čas asistenčnímu dělu požadovaný průtok kyslíku.



Obrázek 3.12: Graf spektra reflektance RF1 pod různými dopadovými úhly.

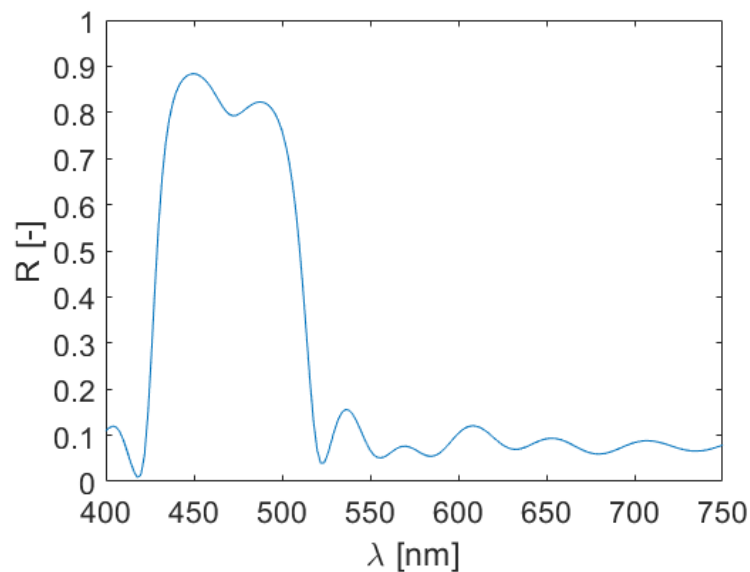
RF1 byl deponován na substráty N-BK7 a N-SF10 (oba planární), RF2 byl deponován na planární N-SF10 a na klínovitý substrát N-SF10 (pětistupňový náklon), který potlačuje odraz od zadní strany.

3.4.3 Výsledek

Změřená reflektance RF1 je zobrazena na obrázku 3.12. Zobrazení reflektancí pod více úhly ukazuje s rostoucím úhlem dopadu posun píku reflektance směrem k nižším vlnovým délkám. Tato vlastnost byla z modelů předpokládána. Šířka píku určená jako rozdíl vlnových délek s reflektancí 50 %, je v případě RF1 69 nm, namodelovaný pík má šířku 57 nm. Model předpokládal maximální reflektanci 81 %, nadeponovaný vzorek dosahoval při dopadovém úhlu 8° maximální reflektance 78 % na vlnové délce 646 nm.

Při porovnání spektra změřené a modelované reflektance (obrázek 3.10) je patrné, že pík se nachází v oblasti vyšší vlnové délky. To je dáno naprášením tlustší vrstvy, než bylo požadováno – tedy reálná rychlost depozice byla vyšší než odhadovaná (o cca 24 %). Při modelování RF2 byla předpokládaná rychlost zjišťována jiným způsobem (viz 3.4.1) a byla určena na 0,0625 nm. To odpovídá 25% zvýšení rychlosti oproti RF1, tyto poměry se tedy téměř shodují. Kvalitativní výsledky byly použity k vylepšení modelu pro RF2.

Graf na obrázku 3.13 ukazuje reflektanci RF2 pod dopadovým úhlem 8° pro klínovitý N-SF10. Šířka píku (definovaná stejně jako u RF1) byla v případě depo-

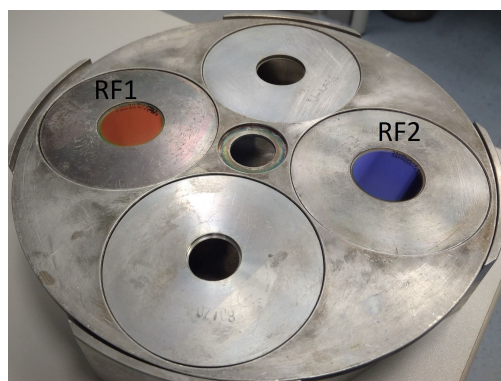


Obrázek 3.13: Graf spektra reflektance RF2 pro klínovitý substrát N-SF10.

novaného vzorku 78 nm. Přítomnost dvou lokálních maxim v píku není zcela jasná, nejspíše jde o následek některých zjednodušení, která byla při výpočtech použita. Může se jednat o důsledek disperze nebo proměnné rychlosti naprašování. Maximální hodnota reflektance dosahovala 88 % a příslušela vlnové délce 450 nm. Nebýt deformace píku, příslušela by maximální reflektance středu jeho šířky, což odpovídá vlnové délce 471 nm. Modelovaný RF2 měl šířku píku 69 nm a maximální reflektanci 91 % na vlnové délce 496 nm.

Odhadovaná rychlost depozice byla tentokrát mnohem blíže skutečnosti, k přesné kontrole nad deponovanou tloušťkou je však potřeba dalšího zkoumání. V celém procesu se kontrola rychlosti depozice ukazuje jako největší problém. Jak již bylo diskutováno, je to z důvodu proměnlivé hustoty deponovaného materiálu a nejspíše i proměnnou rychlostí depozice. V dalším výzkumu bude proto třeba nalézt kalibrační křivku závislosti rychlosti depozice na deponovaném indexu lomu a vhodně upravit depoziční program.

Fotografie obou filtrů při odrazu a průchodu světla je na obrázku 3.14. Je možné si povšimnout rozdílu zbarvení při odrazu a průchodu světla. Fotografie byla pořízena pod nenulovým úhlem, proto vnímaná barva neodpovídá maximálnímu píku reflektance změřeného pro úhel 8° . V případě RF1 lze z grafu na obrázku 3.12 vyčíst, že při dopadovém úhlu 30° je vrchol píku na vlnové délce 620 nm, což dobře odpovídá vnímané barvě na obrázku 3.14. Barva při průchodu světla je komplementární k barvě odražené.



(a)

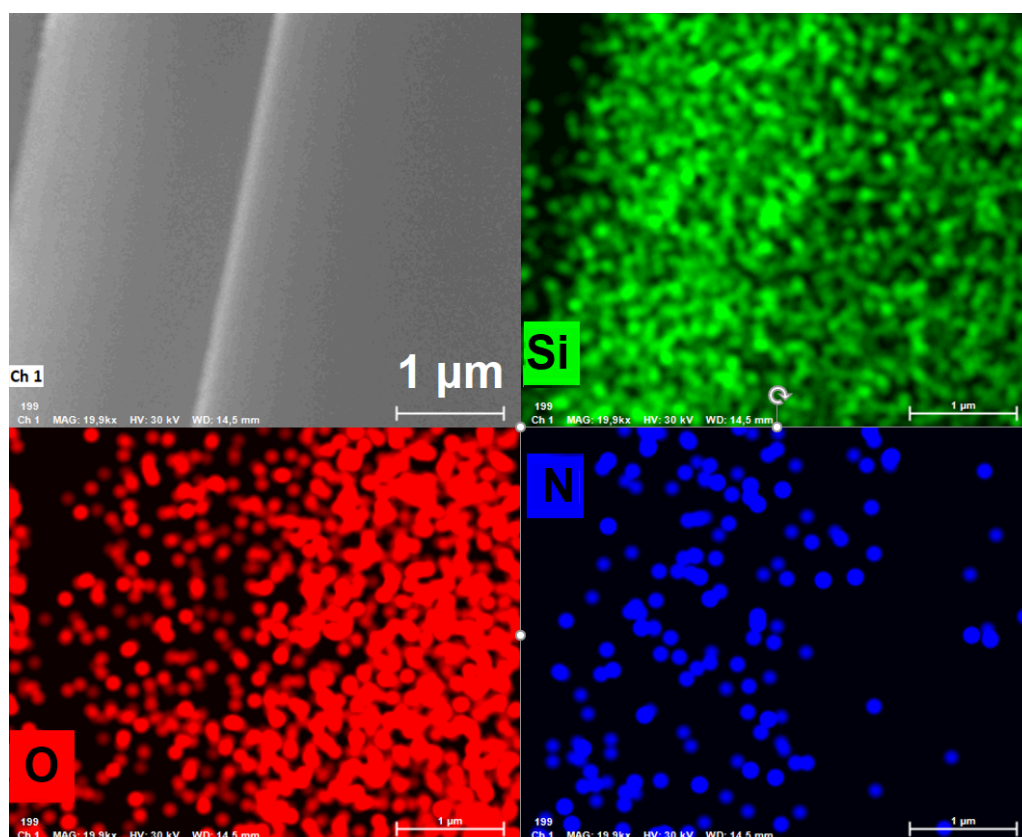


(b)

Obrázek 3.14: Fotografie RF ukazující barevnou změnu při (a) odrazu a (b) průchodu světla.

Na obrázku 3.15 je zobrazení příčného řezu RF1 skenovacím elektronovým mikroskopem (SEM) a EDS (*Energy-dispersive X-ray spectroscopy*) analýza zobrazeného místa. Z EDS jsou patrné chemické rozdíly substrátu a vrstvy (substrát vpravo, vrstva vlevo). V substrátu (chemicky SiO_2) je výrazně větší podíl kyslíku než ve vrstvě. Oproti tomu ve vrstvě lze detekovat dusík, který se v substrátu nenachází (některé modré body v oblasti substrátu jsou šum způsobený nabitím vzorku). Původním cílem bylo změřit tloušťku vrstvy pomocí SEM, problémem však byl špatný odvod náboje ze vzorku, a tedy jeho nabíjení. To způsobovalo vznik neostrého rozhraní vrstvy a substrátu, kvůli kterému nebylo možné přesně určit polohu rozhraní. Do budoucna by bylo vhodné provést stejný experiment s RF deponovaným na křemíkovém substrátu, který náboj odvádí.

Výsledky depozice rugate filtrů dopadly nad očekávání. Maximální reflektance filtru byla v obou případech jen o tři procenta nižší než modelovaná. I s hůře kontrolovanou rychlostí je možné zacílit danou vlnovou délku s odchylkou kolem 50 nm – zde se také nachází významný prostor pro hledání cest dalšího vylepšení.



Obrázek 3.15: Fotografie RF1 získána metodou SEM pomocí zpětně odražených elektronů (vlevo nahoře) a EDS analýza oblasti. Zobrazený je přechod ze substrátu (oblast vpravo) přes vrstvu až ke vzduchu (oblast na okraji vlevo). Zeleně je vyznačený křemík, červeně kyslík a modře dusík.

4 Závěr

Diplomová práce se zabývala možnostmi depozice gradientních vrstev SiO_xN_y metodou IBS s iontovou asistencí a jejich charakterizaci pomocí elipsometrie a spektrofotometrie.

V teoretické části DP byla uvedena základní teorie vlnové optiky a byl vysvětlen princip fungování tenkých vrstev. Byly vysvětleny základní způsoby depozice tenkých vrstev a její kontroly s důrazem na metodu IBS s iontovou asistencí, která byla jedinou metodou používanou v experimentální části DP. Následně byly vysvětleny výhody a vlastnosti gradientních vrstev. Pro navazující experimentální část bylo důležité pochopení charakterizace tenkých vrstev, především maticového počtu, který byl implementován ve skriptech programu MATLAB. Ten byl určen k porovnávání teoretických a experimentálně změřených spekter a následné optimalizaci modelů tenkých vrstev.

Experimentální část byla rozdělena do tří hlavních větví. Zásadní byla první větev, ve které byla zkoumána závislost indexu lomu na průtoku kyslíku asistenčním dělem. Díky velmi přesným modelům homogenních vrstev byla určena kalibrační křivka této závislosti, pomocí které lze ladit deponovaný index lomu v rozsahu 1,55–2,05. Přesnost jejího určení byla nezbytnou podmínkou k úspěšnému zvládnutí dalších větví výzkumu. Přesnost modelu dokládá shoda experimentálních a fitovaných elipsometrických, ale také spektrofotometrických spekter. Navíc transmitanční spektra byla měřena pod osmi a reflektanční pod sedmi různými úhly. Bylo tedy využito velkého množství dat pro sebevědomou interpretaci správnosti předložených výsledků.

Po získání přesné kalibrační křivky nastala otázka, zdali změnou průtoku kyslíku asistenčním dělem dojde k očekávané odezvě v podobě změny deponovaného indexu lomu. Z dřívějších výzkumů gradientních vrstev SiO_x byla známa agresivní reaktivita kyslíku s křemíkem, kdy kyslík reagoval i ve větší hloubce, než bylo žádoucí. První otázkou bylo, zda dusík dokáže agresivnímu chování kyslíku zabránit. Pro výzkum v této druhé větvi byly deponovány dvě gradientní vrstvy o různém

profilu. Při výpočtu jejich teoretických spekter byl předpokládán profil odpovídající změřené kalibrační křivce a jako volný parametr pro fitování byla ponechána tloušťka celé vrstvy. Za těchto podmínek program dokázal najít shodu modelů s experimenty a potvrdil správnost očekávaných profilů obou gradientních vrstev. Pro ujištění o správnosti výsledků byly očekávané profily uměle vynásobeny koeficienty v rozmezí 0,95–1,05, aby se mohla projevit kompenzace chybějícího/přebývajícího indexu lomu větší/menší fyzickou tloušťkou vrstvy. Ukázalo se, že kompenzace je velmi nedokonalá a i offsety v řádech jednotek procent dokáží znatelně zvýšit výslednou odchylku teoretických spekter od experimentálních. Také se prokázalo, že původní profil (bez offsetu) byl určen s nejhůře 2% odchylkou. Díky nemožnosti kompenzovat index lomu fyzickou tloušťkou vrstvy lze s jistotou prohlásit, že předložené modely dokáží určit zároveň profil indexu lomu i tloušťku gradientní vrstvy.

Třetí část experimentu se zabývala depozicí úzkopásmových rugate filtrů (RF). Bylo využito kalibrační křivky z první části experimentu k řízení průtoku kyslíku asistenčním dělem. Byly deponovány dva RF. První RF byl testovací. Jeho výsledky byly překvapivě dobré – maximální reflektance byla o 3 % nižší než modelovaná. Pík se nacházel oproti předpokladu ve vyšších vlnových délkách, což bylo způsobeno podhodnocením rychlosti depozice. Při modelování a depozici druhého RF byla odstraněna většina procesních nedostatků zjištěných při modelování a depozici prvního RF. Reflektanční pík druhého RF byl opět jen o 3 % nižší než modelovaný. Vlnové délky odpovídající středům modelovaného a změřeného píku byly od sebe vzdáleny jen 25 nm. To byl vzhledem k nedokonalé kontrole rychlosti depozice velmi dobrý výsledek. Zároveň se však jedná o oblast s velkým potenciálem k vylepšení.

První rugate filter byl změřen na skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM) a podroben EDS analýze. V přechodu od substrátu do vrstvy je dle předpokladu patrný nárůst dusíku a poměrný pokles kyslíku. Z důvodu silného nabíjení substrátu však nebylo možné změřit pomocí SEM tloušťku vrstvy.

Diplomová práce otevírá možnosti dalšího zkoumání. Jsou jimi optimalizace depozičního procesu, upřesnění všech depozičních dějů nebo zahrnutí více proměnných do modelů vrstev – například rychlost depozice nebo průtok dusíku. Byl vytvořen softwarový aparát pro depozici a zkoumání gradientních vrstev s různými tvary profilů. Další výzkum může být směřován i k charakterizaci předem neznámého profilu a tloušťky, protože druhá část experimentální části DP ukázala, že to je do jisté míry možné. Odpovědi této DP přinesly mnoho otázek, které mohou být zodpovězeny v dalších závěrečných pracích a vědeckých článcích. Již jen tato skutečnost dává autorovi subjektivní pocit z dobře vykonané práce.

Bibliografie

1. JUPÉ, M.; LAPPSCHIES, M.; JENSEN, L.; STARKE, K.; RISTAU, D. Laser-induced damage in gradual index layers and Rugate filters. 2006. Dostupné z DOI: [10.1117/12.696130](https://doi.org/10.1117/12.696130).
2. KUŽEL, Josef. *Analýza gradientních tenkých vrstev pro optické pokrytí s vysokou laserovou odolností*. 2019. Dostupné také z: <https://knihovna-opac.tul.cz/documents/582597>. Bakalářská práce. FM, Technická univerzita v Liberci. Vedoucí práce Karel ŽÍDEK.
3. WIKIPEDIA CONTRIBUTORS. *Electromagnetic radiation* — *Wikipedia, The Free Encyclopedia* [https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Electromagnetic_radiation&oldid=942110778]. 2020. [Online; accessed 23-February-2020].
4. MALÝ, P. *Optika*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Karolinum, 2013. ISBN 978-80-246-2246-0.
5. COMMONS, Wikimedia. *File:Thin film interference.svg* — *Wikimedia Commons, the free media repository*. 2020. Dostupné také z: [%5Curl%7Bhttps://commons.wikimedia.org/w/index.php?title=File:Thin_film_interference.svg&oldid=387200502%7D](https://commons.wikimedia.org/w/index.php?title=File:Thin_film_interference.svg&oldid=387200502). [Online; accessed 9-March-2020].
6. ANGUSMACLEOD, H. Recent developments in deposition techniques for optical thin films and coatings. 2013, s. 3–25. Dostupné z DOI: [10.1533/9780857097316.1.3](https://doi.org/10.1533/9780857097316.1.3).
7. MATTOX, Donald M. Physical Sputtering and Sputter Deposition (Sputtering). 1998, s. 343–405. Dostupné z DOI: [10.1016/B978-081551422-0.50007-3](https://doi.org/10.1016/B978-081551422-0.50007-3).
8. SIMON, Andrew H. Sputter Processing. 2012, s. 55–88. Dostupné z DOI: [10.1016/B978-1-4377-7873-1.00004-8](https://doi.org/10.1016/B978-1-4377-7873-1.00004-8).
9. *What is Ion Beam Deposition?* 2018-04-12. Dostupné také z: <https://www.dentonvacuum.com/what-is-ion-beam-deposition>. [Online; accessed 12-April-2020].
10. HIRVONEN, James K. Ion beam assisted thin film deposition. *Materials Science Reports*. 1991, roč. 6, č. 6, s. 215–274. Dostupné z DOI: [10.1016/0920-2307\(91\)90008-B](https://doi.org/10.1016/0920-2307(91)90008-B).

11. MÜLLER, Karl-Heinz. Stress and microstructure of sputter-deposited thin films: Molecular dynamics investigations. *Journal of Applied Physics*. 1987, roč. 62, č. 5, s. 1796–1799. Dostupné z DOI: <https://doi.org/10.1063/1.339559>.
12. SOUTHWELL, William H. Coating design using very thin high- and low-index layers. *Applied Optics*. 1985, roč. 24, č. 4, s. 457. Dostupné z DOI: [10.1364/AO.24.000457](https://doi.org/10.1364/AO.24.000457).
13. SOUTHWELL, W. H. Gradient-index antireflection coatings. *Optics Letters*. 1983, roč. 8, č. 11, s. 584. Dostupné z DOI: <https://doi.org/10.1364/OL.8.000584>.
14. YEH, Pochi; SARI, Seppo. Optical properties of stratified media with exponentially graded refractive index. *Applied Optics*. 1983, roč. 22, č. 24, s. 4142. Dostupné z DOI: [10.1364/ao.22.004142](https://doi.org/10.1364/ao.22.004142).
15. GRANN, Eric B.; MOHARAM, M. G.; POMMET, Drew A. Optimal design for antireflective tapered two-dimensional subwavelength grating structures. *Journal of the Optical Society of America A*. 1995, roč. 12, č. 2, s. 333. Dostupné z DOI: [10.1364/JOSAA.12.000333](https://doi.org/10.1364/JOSAA.12.000333).
16. BOVARD, Bertrand G. Rugate filter design: the modified Fourier transform technique. *Applied Optics*. 1990, roč. 29, č. 1, s. 24. Dostupné z DOI: [10.1364/ao.29.000024](https://doi.org/10.1364/ao.29.000024).
17. SOUTHWELL, William H. Extended-bandwidth reflector designs by using wavelets. *Applied Optics*. 1997, roč. 36, č. 1, s. 314. Dostupné z DOI: [10.1364/ao.36.000314](https://doi.org/10.1364/ao.36.000314).
18. SOUTHWELL, William H. Using apodization functions to reduce sidelobes in rugate filters. *Applied Optics*. 1989, roč. 28, č. 23, s. 5091. Dostupné z DOI: [10.1364/AO.28.005091](https://doi.org/10.1364/AO.28.005091).
19. GUNNING, W. Gradient-Index Thin Films: An Emerging Optical Coating Technology. 1989. Dostupné z DOI: [10.1117/12.950039](https://doi.org/10.1117/12.950039).
20. FUJIWARA. *Spectroscopic Ellipsometry*. John Wiley & Sons, 2007. ISBN 0470016086. Dostupné také z: https://www.ebook.de/de/product/5965743/fujiwara_spectroscopic_ellipsometry.html.
21. BLINDER, S.M. *Drude-Lorentz Model for Dispersion in Dielectrics*. 2011-03-07. Dostupné také z: <http://demonstrations.wolfram.com/DrudeLorentzModelForDispersionInDielectrics/>.
22. ELDLIO, Mohamed; CHE, Franklin; CADA, Michael. Drude-Lorentz Model of Semiconductor Optical Plasmons. 2013, s. 41–49. Dostupné z DOI: [10.1007/978-94-007-6818-5_4](https://doi.org/10.1007/978-94-007-6818-5_4).
23. JELLISON, G. E.; MODINE, F. A. Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region. *Applied Physics Letters*. 1996, roč. 69, č. 3, s. 371–373. Dostupné z DOI: [10.1063/1.118064](https://doi.org/10.1063/1.118064).

24. LEITEL, Robert; STENZEL, Olaf; WILBRANDT, Steffen; GABLER, Dieter; JANICKI, Vesna; KAISER, Norbert. Optical and non-optical characterization of Nb₂O₅–SiO₂ compositional graded-index layers and rugate structures. *Thin Solid Films*. 2006, roč. 497, č. 1-2, s. 135–141. Dostupné z DOI: [10.1016/j.tsf.2005.10.064](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2005.10.064).
25. JANICKI, Vesna; SANCHÓ-PARRAMON, Jordi; STENZEL, Olaf; LAPPSCHIES, Marc; GARTZ, Bjorn; RICKERS, Christoph; POLENZKY, Christina; RICHTER, Uwe. Optical characterization of hybrid antireflective coatings using spectrophotometric and ellipsometric measurements. *Applied Optics*. 2007, roč. 46, č. 24, s. 6084. Dostupné z DOI: [10.1364/AO.46.006084](https://doi.org/10.1364/AO.46.006084).
26. BOSCH, S.; FERRÉ-BORRULL, J.; SANCHÓ-PARRAMON, J. A general-purpose software for optical characterization of thin films: specific features for microelectronic applications. *Solid-State Electronics*. 2001, roč. 45, č. 5, s. 703–709. Dostupné z DOI: [doi:10.1016/s0038-1101\(01\)00092-2](https://doi.org/10.1016/s0038-1101(01)00092-2).
27. HUANG, Lu; JIN, Qi; QU, Xingling; JIN, Jing; JIANG, Chaochao; YANG, Weiguang; WANG, Linjun; SHI, Weimin. Characterization and simulation on antireflective coating of amorphous silicon oxide thin films with gradient refractive index. *Superlattices and Microstructures*. 2016, roč. 96, s. 198–204. Dostupné z DOI: [10.1016/j.spmi.2016.05.026](https://doi.org/10.1016/j.spmi.2016.05.026).
28. KAUFMAN & ROBINSON, Inc. *Eight Centimeter DC Ion Source Manual*. 2009.
29. HLUBUČEK, Jiří. *Příprava tenkých feroelektrických vrstev PZT metodou IBS*. 2016. Dostupné také z: <https://theses.cz/id/giuw59/>. Diplomová práce. FM, Technická univerzita v Liberci. Vedoucí práce David VÁPENKA.
30. BAGLIN, John E. E. Interface Design for Thin Film Adhesion. 1991, s. 363–382. Dostupné z DOI: [10.1007/978-1-4899-2073-7_13](https://doi.org/10.1007/978-1-4899-2073-7_13).
31. LAGARIAS, Jeffrey C.; REEDS, James A.; WRIGHT, Margaret H.; WRIGHT, Paul E. Convergence Properties of the Nelder–Mead Simplex Method in Low Dimensions. *SIAM Journal on Optimization*. 1998, roč. 9, č. 1, s. 112–147. Dostupné z DOI: [10.1137/S1052623496303470](https://doi.org/10.1137/S1052623496303470).