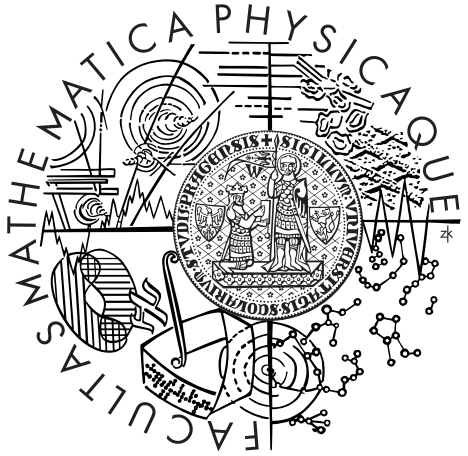
Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

DIPLOMOVÁ PRÁCE



Karel Majer

Studium adsorpce a mobility atomů Al na povrchu Si(100)

Katedra fyziky povrchů a plazmatu

Vedoucí diplomové práce:	Doc. RNDr. Ivan Ošťádal, CSc.
Studijní program:	Fyzika
Studijní obor:	Fyzika povrchů a ionizovaných prostředí

Praha 2013

Chtěl bych poděkovat především svému vedoucímu, Ivanu Ošťádalovi, za úsilí vynaložené při konstrukci nového STM systému a jeho uvedení do provozu, asistenci při jeho testování a dále za cenné rady a připomínky k práci, díky nimž jsem pronikl hlouběji do studované problematiky.

Všem ostatním členům skupiny tenkých vrstev na KFPP patří dík za rady a nápady užitečné při STM experimentu a zpracování dat a také za příjemnou atmosféru v laboratoři.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů.

Beru na vědomí, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorského zákona v platném znění, zejména skutečnost, že Univerzita Karlova v Praze má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle §60 odst. 1 autorského zákona.

V ..... dne ..... Podpis autora

Název práce: Studium adsorpce a mobility atomů Al na povrchu Si(100)

Autor: Karel Majer

Katedra: Katedra fyziky povrchů a plazmatu

Vedoucí diplomové práce: Doc. RNDr. Ivan Ošťádal, CSc.

Abstrakt: Tématem práce je růst hliníkových útvarů – jednorozměrných řetízků – na povrchu Si(100). Pomocí STM byly změřeny růstové charakteristiky Al na Si(100) při pokojové a vyšší teplotě a různých hodnotách pokrytí. Výsledky jsou diskutovány v kontextu předchozích experimentů a je navržen způsob určení aktivační energie povrchové migrace. Důležitou část práce tvoří příprava a testování nové nízkoteplotní UHV aparatury pro měření pomocí STM. Jsou popsány funkce aparatury. V dosud neznámých podmínkách byl nalezen postup přípravy čistého povrchu Si(100) a metody dosažení atomárního rozlišení při STM experimentu. Je popsán test směrových vypařovadel pro Al a Sn. Depozice Al na nové aparatuře dosud nebyla úspěšná. Depozice Sn proběhla správně a byly zobrazeny struktury Sn na Si(100) při nízké teplotě. Ty se liší od struktur pozorovaných při pokojové teplotě a byla v nich objevena „kolena“ dosud pozorovaná výhradně u Al.

Klíčová slova: STM, hliník, cín, Si(100), růst

Title: Adsorption and mobility of Al adatoms on Si(100) surface

Author: Karel Majer

Department: Department of Surface and Plasma Science

Supervisor: Doc. RNDr. Ivan Ošťádal, CSc.

Abstract: The subject of the thesis is growth of aluminium structures – one-dimensional chains – on Si(100) surface. Growth characteristics of Al on Si(100) at room temperature and at higher temperature and various coverages were measured using STM. The results are discussed with respect to previous experiments and a way to find the value of activation energy of surface migration is proposed. An important part of the thesis is preparation and tests of a new low-temperature UHV apparatus for STM experiments. Functions of the apparatus are described. A way to prepare clean Si(100) surface as well as the methods of achieving atomic-scale resolution in STM were found in conditions previously unknown. A test of evaporators for Al and Sn is described. Al deposition has not been successful in the new apparatus yet. Sn deposition has been successful and low-temperature structures of tin on Si(100) were observed. They differ from room-temperature structures and contain kinks which were previously observed only in Al structures.

Keywords: STM, aluminium, tin, Si(100), growth

Obsah

Úvod **1**

1 Skenovací tunelový mikroskop **4**
1.1 Tunelový jev . . . 4
1.2 Princip STM . . . 4
1.3 Tunelový proud . . . 5
1.4 Konstrukce STM . . . 6
1.4.1 Hrot . . . 6
1.4.2 Skenovací prvky . . . 7
1.4.3 Hrubé přiblížení hrotu . . . 8
1.4.4 Tlumení kmitů . . . 8
1.5 Interpretace obrazu . . . 8
1.6 Skenovací tunelová spektroskopie (STS) . . . 9

2 Růst tenké vrstvy na povrchu pevné látky **10**
2.1 Povrchová migrace . . . 10
2.2 Nukleace a růst ostrůvků . . . 11
2.3 Kinetické rovnice . . . 12
2.4 Škálovací teorie . . . 13

3 Povrch Si(100) **16**
3.1 Povrchové rekonstrukce . . . 16
3.2 Elektronová struktura povrchu . . . 17
3.3 Defekty na Si(100) . . . 18

4 Hliník na Si(100) **21**
4.1 Adsorpce Al na povrch Si(100) . . . 21
4.2 Povrchová migrace . . . 22
4.3 Růst hliníkových řetízků . . . 23
4.4 Elektronová struktura hliníkových řetízků . . . 25
4.4.1 Rozdílné zobrazení hliníkových dimerů v STM . . . 25
4.5 Indium a galium na Si(100): srovnání s Al . . . 26

5 Cín na Si(100) **27**

6 Experimentální zařízení **29**
6.1 Vakuový systém . . . 29
6.2 Příprava vzorků . . . 29
6.3 Chladicí systém a měření teploty . . . 31
6.4 Vibrace prostředí . . . 32

7 Uvedení nové aparatury do provozu **34**
7.1 Odplyňování aparatury . . . 34
7.2 Servisní systémy . . . 34
7.3 Příprava povrchu Si(100) . . . 36
7.3.1 Vzorek č. 4 . . . 36

7.3.2 Vzorek č. 3 . . . 38
7.3.3 Vzorek č. 2 . . . 40
7.4 Testy vypařovadel . . . 43
7.4.1 Hliník . . . 43
7.4.2 Cín . . . 44

8 Růstové charakteristiky Al na Si(100) 47
8.1 Postup měření . . . 47
8.2 Zpracování výsledků . . . 48
8.2.1 Zpracování snímků . . . 48
8.2.2 Určení pokrytí . . . 49
8.2.3 Škálování histogramu . . . 51
8.3 Výsledky . . . 52
8.4 Diskuse . . . 52

Závěr 58

Seznam použité literatury 60

Seznam obrázků 66

Seznam tabulek 68

Seznam použitých zkratek 69

Přílohy 70
1 Elektromagnetické ovládání clon vypařovadel . . . 70
1.1 Ovládací program . . . 70
1.2 Napájecí obvod . . . 72
2 Řídicí program pro vypékání aparatury . . . 73

Úvod

Samoorganizované struktury jsou pro své neobvyklé vlastnosti předmětem výzkumu v oblasti nanotechnologií. Elektronová struktura – a tedy elektronické a chemické vlastnosti – nízkodimenzionálních objektů úzce souvisí s jejich morfologií. Pokud porozumíme mechanismu růstu samoorganizovaných útvarů, můžeme kontrolou podmínek růstu tvořit vrstvu s požadovaným uspořádáním a využít ji ke studiu vztahu mezi morfologií vrstvy a její elektronovou strukturou.

Struktury tvořené kovy III. (Al, In, Ga) a IV. (Sn, Pb) skupiny na povrchu Si(100) spadají do této kategorie. Atomy kovů při pokrytích menších než 0,5 monovrstvy (ML) a vhodných podmínkách (zejména depozice atomů na povrch malou rychlostí) vytvářejí jednorozměrné (1D) řetízky. Ty pro nás pro svou relativní jednoduchost představují modelový systém, na kterém můžeme zkoumat procesy růstu samoorganizovaných struktur, vliv depozičních podmínek (teplota substrátu, průběh depozice) na růst a elektronové vlastnosti výsledné vrstvy. Nicméně se předpokládá i praktické využití kovových řetízků: v integrovaných obvodech by mohly sloužit jako 1D tzv. *kvantové dráty* umožňující přesun elektrického náboje, což zřejmě představuje fyzikální limit integrace součástek. Tento cíl je v současnosti stále vzdálený nejen kvůli nevodivosti řetízků tvořených pouze jedním kovem, ale také kvůli neúplnému modelu růstu řetízků, ve kterém chybí hodnoty mikroskopických parametrů ovlivňujících růst (adsorpční energie a vazebné energie atomů v řetízku a s nimi spojené pohyblivost atomů a stabilita řetízků). Dále je možné vytvořit povrch s pravidelným uspořádáním řetízků a použít jej jako substrát pro adsorpci dalších látek (např. organických molekul) a tvorbu složitějších systémů.

Zobrazení a studium řetízků bylo umožněno rozvojem skenovací tunelové mikroskopie v 80. letech. Od prvních experimentů probíhá už více než 20 let jejich intenzivní výzkum. Důležitými údaji, které umožňují porozumět procesu růstu a určit hodnoty jeho mikroskopických parametrů, jsou *růstové charakteristiky* – rozdělení velikostí ostrůvků, jejich hustota a odvozené veličiny jako střední délka řetízku nebo *škálovací funkce*, jejíž průběh nese informaci o mechanismech růstu. Růstové charakteristiky naměřené při různých teplotách a pokrytích slouží k fitování parametrů modelu růstu pomocí kinetických Monte Carlo simulací a jsou nepostradatelnými daty při jeho tvorbě. Dosud byly publikovány pro indium a galium, ale pro hliník, jehož struktury se od zbývajících kovů III. skupiny v mnohém liší, pouze jako výsledky diplomových prací (M. Kučera, F. Rozbořil).

Práce je součástí širšího výzkumu zaměřeného na kovové řetízky na Si(100) prováděného ve skupině tenkých vrstev na KFPP. Pro její účely byla budována nová aparatura vybavená skenovacím tunelovým mikroskopem (STM), která umožní měření růstových charakteristik při nízkých teplotách a techniku měření *in-vivo*, kdy jsou atomy kovu za nízké teploty deponovány pod skenující hrot STM a pozorujeme přeskoky jednotlivých atomů mezi adsorpčními pozicemi na povrchu. *In-vivo* experiment umožňuje přímé určení pohyblivosti atomů a aktivačních energií bez nutnosti provádět simulace.

Cíle práce

Práce je zaměřena na experimentální studium hliníkových struktur na Si(100) při nízkých pokrytích pomocí STM. Dle zadání byly cíle práce tyto:

- Zvládnutí techniky nízkoteplotního STM experimentu a metodiky měření.
- Doladění podmínek depozice Al pro vytvoření minimálního pokrytí jednotlivými atomy.
- Studium zobrazení jednotlivých atomů v adsorpčních pozicích.
- Měření tunelových spekter – studium vlivu adsorbátu na elektronovou strukturu povrchu.
- Studium možnosti posunu atomů Al ve „snadném směru“ pomocí hrotu STM. Analýza podmínek pro spontánní a hrotem aktivované přeskoky.

Splnění posledních tří cílů vyžadovalo spuštění nové nízkoteplotní aparatury v optimálních podmínkách, protože jde o obtížné experimentální techniky citlivé na vnější mechanické rušení. Uvedení aparatury do provozu ale vyžadovalo delší čas, než bylo původně očekáváno, a dosud se nachází v rušné laboratoři, kde se v měření negativně projevují vnější vlivy. Příprava nové aparatury ke spuštění se tak stala důležitou částí této práce – bylo potřeba otestovat funkce řady součástí aparatury a v dosud neznámých podmínkách nalézt postup přípravy čistého povrchu Si(100) a dosažení atomárního rozlišení v STM. Byla testována směrová vypařovadla pro hliník a cín. Nedostatečná fokusace hliníkového vypařovadla nám nedovolila provést nízkoteplotní experiment s hliníkem. Podařilo se ale ověřit, že nová aparatura umožňuje dosažení nízkých teplot vzorku, depozici kovů po definovanou dobu a měření STM v atomárním rozlišení i v ne zcela vhodných podmínkách. Poprvé byly zobrazeny struktury cínu na Si(100) při nízké teplotě. Prokázalo se, že po umístění aparatury do prostředí s menším rušením bude možné provést *in-vivo* měření, zobrazit jednotlivé atomy v adsorpčních pozicích i manipulovat s nimi pomocí hrotu STM.

Na starším STM zařízení, které neumožňuje chlazení, byly změřeny růstové charakteristiky hliníkových řetízků při pokojové teplotě a 70 °C. Získané soubory jsou dostatečně veliké, aby mohly být použity k fitování parametrů modelu růstu pomocí KMC simulací. V rámci diplomové práce byla vyvinuta nová metoda odhadu pokrytí z STM snímků.

Při přípravě nové aparatury byly vytvořeny systém ovládání magnetických clon vypařovadel a program pro řízení vypékání aparatury.

Obsah práce

Práce je členěna do osmi kapitol. Prvních pět tvoří teoretický úvod do problematiky, zbylé se věnují provedeným experimentům. Součástí práce jsou dvě přílohy.

První kapitola se zabývá skenovacím tunelovým mikroskopem, principem jeho činnosti, otázkami konstrukce a interpretací STM snímků. Druhá kapitola poskytuje úvod do potřebných oblastí teorie růstu tenkých vrstev – povrchové migrace atomů, nukleace ostrůvků a škálovací teorie.

Třetí, čtvrtá a pátá kapitola popisují fyzikální systémy relevantní pro tuto

práci. Ve třetí kapitole jde o vlastnosti povrchu Si(100), zejména o jeho rekonstrukce a povrchové defekty. Čtvrtá kapitola shrnuje dosavadní výsledky výzkumu chování hliníkových atomů na Si(100) a srovnává jeho vlastnosti s dalšími kovy III. skupiny. Pátá kapitola ve stručnosti uvádí poznatky o cínu na Si(100).

Šestou kapitolu tvoří popis nové nízkoteplotní aparatury a jejích konstrukčních prvků. V sedmé kapitole jsou popsány testy aparatury, shrnuty úspěšné výsledky a uvedeny podmínky, za jakých byly dosaženy.

Poslední osmá kapitola popisuje experiment s Al na Si(100) při pokojové a vyšší teplotě, obsahuje přehled výsledků a jejich diskusi.

První příloha obsahuje podrobný popis systému ovládání magnetických clon, který je tvořen napájecím obvodem a programem vytvořeným v prostředí LabView. Druhá příloha obsahuje popis řídicího programu pro vypékání aparatury rovněž vytvořeného v LabView.

1. Skenovací tunelový mikroskop

Skenovací tunelový mikroskop je experimentální zařízení ze třídy mikroskopů s rastrující sondou (SPM). Využívá tunelování elektronů vakuem mezi sondou mikroskopu ve tvaru hrotu a studovaným vzorkem. Jeho předností je možnost přímého pozorování povrchu vzorku v atomárním rozlišení a studium jeho lokálních vlastností, případně modifikací na atomární úrovni. STM byl vynalezen roku 1981 Gerdem Binnigem a Heinrichem Rohrerem v laboratořích IBM v Zürichu. Za jeho objev byla tvůrcům v roce 1986 udělena Nobelova cena.

1.1 Tunelový jev

Tunelový jev je známým projevem kvantové povahy částic. Částice, která nemá dostatečnou energii k překonání potenciálové bariéry klasickým způsobem, se díky svým vlnovým vlastnostem může i přesto za touto bariérou vyskytnout.

Uvažujeme-li částici s kinetickou energií E a hmotností m, obdélníkovou bariéru o výšce Φ_0 a šířce d, je pravděpodobnost P průchodu bariérou

$$P \propto \exp(-2kd), \tag{1.1}$$

kde

$$k = \sqrt{\frac{2m(\Phi_0 - E)}{\hbar^2}} \tag{1.2}$$

a $\hbar$ je redukovaná Planckova konstanta [1].

1.2 Princip STM

Srdcem skenovacího tunelového mikroskopu je ostrý hrot, který se nachází ve vzdálenosti přibližně 0,5 nm od studovaného vzorku, a při přiložení elektrického napětí mezi hrot a vzorek dochází k tunelování elektronů potenciálovou bariérou mezi nimi. Hrot skenuje povrch vzorku a v každém bodě je změřen tunelový proud. Jeho velikost lze pro malá napětí V_T a nízké teploty aproximovat vztahem

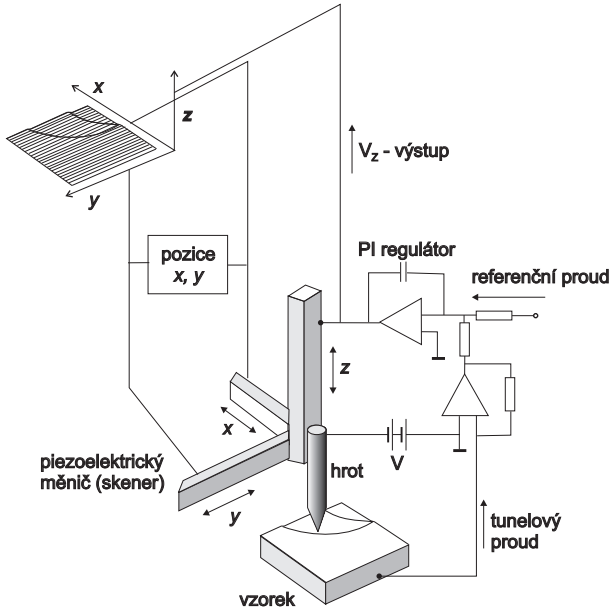
$$I \approx 18 \frac{V_T}{10^4 \Omega} \frac{k}{d} A_{eff} \exp(-2kd), \tag{1.3}$$

kde $2k\ [\text{Å}^{-1}] = 1,025\ \Phi^{1/2}\ [\text{eV}]$, Φ je střední výstupní práce hrotu a vzorku a považujeme ji za střední výšku potenciálové bariéry. $A_{eff}\ [\text{Å}^2]$ je efektivní oblast určující laterální rozlišení mikroskopu, d vzdálenost mezi hrotem a vzorkem a Ω znační Ohm [1]. Tunelový proud klesá s rostoucí vzdáleností přibližně exponenciálně a z velikosti konstant ve vztahu 1.3 plyne, že při změně vzdálenosti o 1 Å se proud mění přibližně o řád. Tunelování se tak účastní převážně atom hrotu nejblíže povrchu, což umožňuje atomární rozlišení.

Nejjednodušší způsob STM měření, kdy se hrot pohybuje ve stálé výšce nad povrchem a pouze se zaznamenává velikost tunelového proudu, se nazývá módem *konstantní výšky*. Jeho výhodou je zejména vyšší skenovací rychlost ve srovnání častěji používaným módem *konstantního proudu*. Zásadní nevýhodnou je pak riziko zničení hrotu při nárazu do nerovnosti na povrchu. Pro interpretaci dat je

navíc potřeba určit výšku potenciálové bariéry Φ [1].

V módu konstantního proudu je zapojena zpětná vazba, která vertikálním pohybem hrotu nad povrchem udržuje tunelový proud na zadané referenční hodnotě. Použití zpětné vazby a regulace polohy hrotu zpomaluje měření, ale umožňuje měřit i nerovné povrchy bez rizika zničení hrotu. Měřicí systém v každém bodě zaznamenává vertikální polohu hrotu, která kopíruje topografii povrchu. Uspořádání STM měření v tomto módu je schematicky znázorněno na obrázku 1.1.



Obrázek 1.1: Schéma uspořádání STM měření. Tunelový proud je veden do zpětnovazební smyčky, která upravuje vertikální polohu hrotu z. Výsledkem měření je závislost z na horizontálních souřadnicích x a y. Převzato z archivu oddělení tenkých vrstev.

1.3 Tunelový proud

Základem popisu tunelového přechodu v STM a teoretických vztahů pro velikost tunelového proudu I je Bardeenův formalismus [2]:

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu,\nu} f(E_\mu)[1 - f(E_\nu + eV)]|M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu), \tag{1.4}$$

kde e je náboj elektronu, $f(E)$ Fermi-Diracovo rozdělení, E_μ energie vlastního stavu ψ_μ elektronu v hrotu, E_ν energie vlastního stavu ψ_ν ve vzorku a V přiložené napětí. $M_{\mu\nu}$ vyjadřuje pravděpodobnost průchodu bariérou a závisí na stavech ψ_μ a ψ_ν mezi kterými dochází k tunelování a tvaru potenciálové bariéry.

Jednotlivé teoretické přístupy se liší především v použitých vlnových funkcích, popisu bariéry a zahrnutí vlivu teploty a napětí [1]. Pokud uvažujeme stavy povrchu v podobě Blochových vln exponenciálně ubývajících ve vakuu a stav hrotu jako exponenciálně ubývající sférickou vlnu, můžeme odvodit vodivost tunelového přechodu ve tvaru

$$\sigma \approx 0,1 R^2 \exp(2kR) \sum_{\nu} |\psi_\nu(\vec{r_0})| \delta(E_\nu - E_F), \tag{1.5}$$

kde R je poloměr zakřivení konce hrotu, $k = \sqrt{2m\phi}/\hbar$, m hmotnost elektronu, ϕ výstupní práce vzorku, ψ_ν vlastní stav povrchu s energií E_ν, $\vec{r_0}$ poloha středu křivosti konce hrotu a E_F Fermiho energie. Suma v této rovnici vyjadřuje hustotu elektronových stavů vzorku. Pro uvažované funkce ψ_ν platí

$$|\psi_\nu(\vec{r_0})| \propto \exp[-2k(R+d)], \tag{1.6}$$

kde d je vzdálenost hrotu od vzorku. Dosazením do rovnice 1.5 získáme odhad $\sigma \propto \exp(-2kd)$, exponenciální pokles vodivosti tunelového přechodu s rostoucí vzdáleností hrotu od vzorku [3].

Pokud je napětí V menší než velikost tunelové bariéry, lze ze vztahu 1.4 odvodit odhad tunelového proudu $I(\vec{r_0}, V)$ v bodě $\vec{r_0}$ [4]

$$I(\vec{r_0}, V) \propto \int_{E_F}^{E_F+eV} n_t(E+eV) n_s(\vec{r_0}, E) T(\vec{r_0}, E, eV) dE, \tag{1.7}$$

kde $n_t(E+eV)$ je lokální hustota elektronových stavů hrotu, $n_s(\vec{r_0}, E)$ lokální hustota elektronových stavů vzorku v místě $\vec{r_0}$ a $T(\vec{r_0}, E, eV)$ propustnost bariéry. Hustotu elektronových stavů kovového hrotu můžeme považovat za konstantu, ale elektronová struktura vzorku hraje v STM měření podstatnou roli.

1.4 Konstrukce STM

Přestože základ činnosti STM je velice jednoduchý a mohlo by se zdát, že atomární rozlišení získáváme v podstatě „zadarmo“, uvést ho do praxe je nepoměrně složitější. Realizace zařízení byla hlavním problémem, před kterým stáli jeho vynálezci [5]. Je potřeba zařídit dostatečně pomalé a jemné přiblížení hrotu k povrchu, jeho laterální posun v krocích přibližně 0,1 Å a zajistit, aby do měření nevstupovalo rušení, které by mohlo tunelový proud v řádu 0,01 – 1 nA zcela překrýt. Velkou pozornost je třeba věnovat hrotu, protože na jeho vlastnostech závisí, jakých výsledků dosáhneme.

1.4.1 Hrot

Tvar a vlastnosti hrotu zásadně ovlivňují STM měření. Výsledný obraz, který (pomineme-li lokální změny elektronické struktury povrchu) bývá interpretován jako topografická mapa povrchu, je ve skutečnosti konvolucí tvaru povrchu a tvaru hrotu. Laterální rozlišení hrotu lze odhadnout jako $\sqrt{2\text{Å}(R+d)}$, kde R je poloměr křivosti hrotu a d vzdálenost hrotu od vzorku [3]. S rostoucím d se tunelování účastní větší množství atomů a laterální rozlišení se zhoršuje [1]. Špička hrotu má obvykle poloměr přibližně 20 nm, ale na jejím konci se nachází atomární klastry, z nichž ten nejblíže povrchu tvoří tunelový přechod. V ideálním případě je na jeho konci jediný atom, kterým prochází většina tunelového proudu a příspěvky od ostatních atomů klastru se v STM obraze neprojeví. Pokud se nachází v přibližně stejné vzdálenosti od povrchu více atomů, jeví se obraz jako vícenásobný nebo rozmazaný. Atomární uspořádání špičky hrotu nelze z principu kontrolovat, ale manipulací s hrotem lze dosáhnout jeho změny. Pro úspěšné měření je třeba, aby byl hrot stabilní.

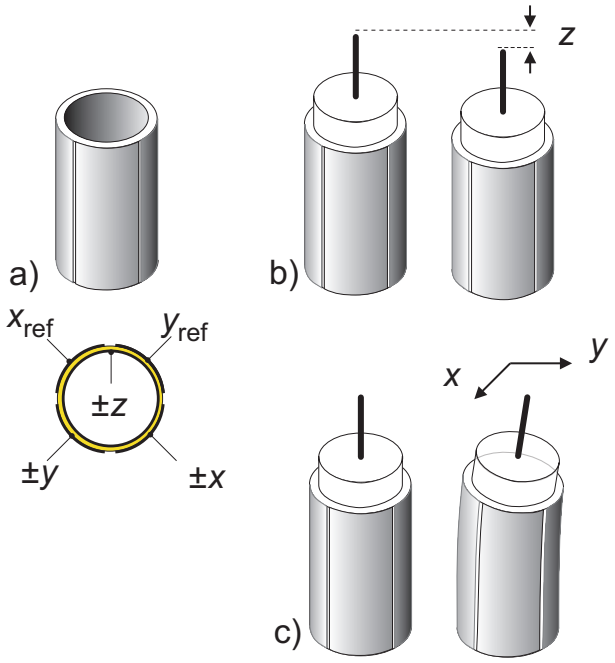
Existuje řada materiálů a postupů k výrobě hrotu. Častým postupem je leptání wolframového drátu v roztoku KOH nebo NaOH. K leptání dochází v úrovni hladiny a ponořená část drátu vytvaruje svou tíhou špičku hrotu předtím, než se utrhne. Jinou možností je jejich stříhání hrotů z Pt-Ir drátu, případně jeho leptání. Wolframové hroty lze vyrábět i iontovým bombardem [1].

1.4.2 Skenovací prvky

Při STM měření je třeba kontrolovat polohu s přesností alespoň 0,1 Å ve vertikálním směru a 1 Å v laterálním. K tomu se využívá piezoelektrických keramických materiálů jako $Pb(Ti, Zr)O_3$. V prvním přiblížení je relativní změna velikosti piezoelektrického prvku přímo úměrná velikosti vnějšího elektrického pole.

Často používanou konstrukcí je trubička se čtyřmi elektrodami umístěnými na obvodu, který je zobrazen na obrázku 1.2. Napětí na vnějších elektrodách ovládá prohnutí trubičky ve směrech kolmých na její osu, napětí na vnitřní nedělené elektrodě řídí protažení trubičky v axiálním směru. Použití trubičky má výhody v nízkém přeslechu mezi elektrodami, vysoké resonanční frekvenci a velké oblasti vzorku, kterou je možno skenovat [1].

Nepříznivé vlastnosti piezoelektrických keramik jsou zejména nelinearita, hys-



Obrázek 1.2: Piezoelektrický měnič v podobě trubičky. a) Uspořádání elektrod na trubičce. b) Zkrácení trubičky v axiálním směru. c) Náklon trubičky v radiálním směru. Autorem obrázku je doc. Ošťádal.

tereze a *creep*. Nelinearitu – závislost změny velikosti piezelektrického prvku na vyšších mocninách složek elektrického pole – lze omezit velikostí maximálního napětí přikládaného na elektrody. Můžeme ji zanedbat při velikosti elektrického pole pod 100 V/mm. Vliv hystereze lze potlačit tak, že hrot skenuje vzorek vždy jen v jednom směru. Creep (dotékání) keramiky je způsoben zpožděnou odezvou keramiky na skokovou změnu intenzity vnějšího pole. Projevuje se charakteristickým zkreslením STM obrazu, zvláště při velkých změnách napětí na elektrodách.

Řešením je poskytnout keramice dost času, aby dosáhla požadovaného tvaru [6].

1.4.3 Hrubé přiblížení hrotu

Piezokeramické měniče umožňují měnit vertikální polohu hrotu pouze v rozmezí přibližně 1 μm. K přiblížení hrotu ke vzorku se používají různé systémy, všechny ale musí zajistit dostatečně jemný posun, aby nedošlo k nárazu hrotu do vzorku. Lze je realizovat např. pomocí mikrometrických šroubů, pomocí pružiny tlačící proti raménku, na kterém je upevněn hrot, nebo konstrukcemi s využitím piezoelektrických, případně elektromagnetických prvků – inerciální posuvy, lineární motory. V zařízeních využitých v této práci slouží k hrubému přiblížení *Inchworm*®.

Inchworm je lineární piezoelektrický motor. Tvoří jej keramická trubička s elektrodami dělenými na tři části, která těsně objímá tyčku. Krajní části trubičky tvoří čelisti, které při přivedení napětí na elektrody tyčku pevně sevřou. Prostřední část mění svou délku se změnou napětí. Tyčka je nejprve sevřena jednou z čelistí, prostřední část se prodlouží, tyčku sevře druhá čelist a první ji pustí. Prostřední část se zkrátí na původní velikost a první čelist opět sevře tyčku. Tímto způsobem se tyčka pohybuje v krocích o délce několika nm [1].

1.4.4 Tlumení kmitů

Ochrana STM před vibracemi je důležitým a obtížným prvkem při konstrukci zařízení. Přenos vibrací do tunelového přechodu může měření zcela znehodnotit.

Hlava STM má obvyklou resonanční frekvenci 10 – 100 KHz. Použitím tlumicího systému s nízkou resonanční frekvencí lze vysokofrekvenční vibrace účinně utlumit a do systému se prakticky nepřenášejí. Problém působí vlastní kmity podlah (10 – 100 Hz), kmity způsobené chůzí a činností lidí (1 – 3 Hz) a akustické kmity šířící se budovou. K tlumení se používá kombinace více prvků. Může jít o vitonové nebo pneumatické tlumiče, magnetické tlumení a zavěšení částí aparatury na kovových pružinách [1, 6].

1.5 Interpretace obrazu

Ačkoliv bývá za největší výhodu STM považováno zobrazení poloh jednotlivých atomů na povrchu, nelze obraz interpretovat takto přímočaře. Topografická informace je smísena s informací o elektronové struktuře vzorku a STM nezobrazuje polohu atomů ve smyslu jejich těžiště, ale je citlivé na elektronový obal [4]. V rovnici 1.7 vystupují lokální hustoty elektronových stavů hrotu a vzorku. Při vyšší hustotě elektronových stavů vzorku teče tunelovým přechodem větší proud, což zpětná vazba kompenzuje oddálením hrotu od povrchu a příslušný bod se v obraze jeví jako světlejší. STM tedy v podstatě zobrazuje rozložení nábojové hustoty při dané energii určené napětím mezi hrotem a vzorkem.

Rozlišujeme zobrazení v *prázdných* a *plných stavech*, které se liší polaritou napětí mezi hrotem a vzorkem. Při záporném napětí hrotu vůči vzorku dochází k tunelování elektronů z hrotu do neobsazených orbitalů povrchu, měříme tedy jeho prázdné stavy. Při kladném napětí hrotu vůči vzorku tunelují elektrony z obsazených orbitalů povrchu do vzorku. Výsledky obou zobrazení se mohou značně

lišit kvůli rozdílné poloze a hustotě obsazených a neobsazených stavů. Stejně tak se kvůli změně hustoty stavů s energií liší i snímky při různých napětích v jedné polaritě.

V STM obraze se často vyskytují deformace. Kromě již zmíněného creepu jsou způsobeny zejména *teplotním driftem*. Ten vzniká vzájemným posunem různých částí mechanického spojení hrotu a vzorku v důsledku výskytu teplotních gradientů. Projevuje se jednak posunem skenované oblasti při opakovaném měření, jednak její deformací vzájemným pohybem hrotu a vzorku během skenování. Zkreslení obrazu teplotním driftem značně ztěžuje např. odhad velikosti skenované plochy. Lze ho zmírnit ustálením teploty jednotlivých částí aparatury (zejména na nízkých teplotách), nebo kompenzovat softwarově.

1.6 Skenovací tunelová spektroskopie (STS)

Citlivost STM na lokální hustotu stavů (LDOS) vzorku umožňuje použít ho k spektroskopickým měřením. Pokud předpokládáme konstantní hustotu stavů hrotu, získáme derivací rovnice 1.7

$$\frac{dI}{dV} \propto n_s(\vec{r_0}, E)T(\vec{r_0}, E, eV), \tag{1.8}$$

a pokud považujeme propustnost bariéry za úměrnou vodivosti , tj. $T(\vec{r_0}, E, eV) \propto I/V$, dostáváme

$$\frac{dI/dV}{I/V} \propto n_s(\vec{r_0}, E) \text{ [4]}. \tag{1.9}$$

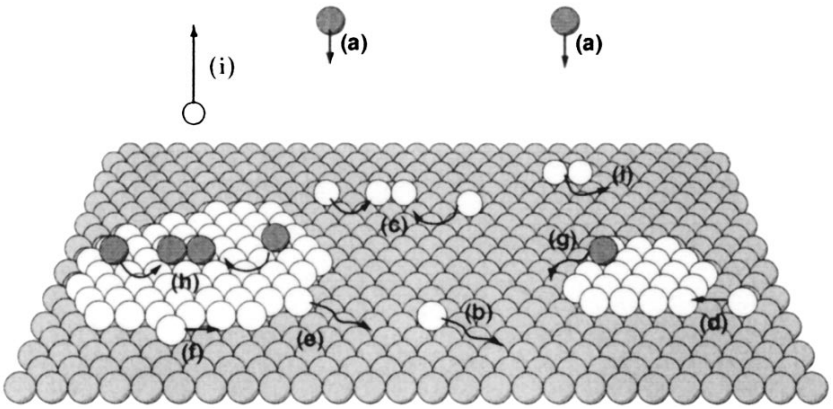
STM umožňuje provádět lokální spektroskopická měření ve zvoleném místě vzorku. Existuje více postupů, jak měřit dI/dV. Nejjednodušším je změřit voltampérovou charakteristiku a provést numerickou derivaci. Při tomto měření je odpojena zpětná vazba a hrot se nachází ve stálé výšce nad povrchem, kontrolní systém mění napětí a v každém bodě charakteristiky měří tunelový proud. Druhou možností je použít lock-in techniku měření, při které se moduluje napětí mezi hrotem a vzorkem střídavým signálem. Amplituda výstupního signálu je potom úměrná diferenciálnímu odporu tunelového přechodu.

Kombinací STS a skenování vzorku můžeme provést CITS (Current-Imaging Tunneling Spectroscopy) měření, při kterém získáme spektroskopické informace na všech místech vzorku a můžeme vytvořit proudové mapy, které zobrazují elektronové stavy příslušné energie [1, 4].

2. Růst tenké vrstvy na povrchu pevné látky

S pokračující miniaturizací stoupá význam tenkých vrstev na površích pevných látek. Lákavou možností v technických aplikacích je samoorganizovaný růst vrstev s požadovanými vlastnostmi. Pro jeho dosažení je ale potřeba porozumět atomárním procesům, které se na povrchu odehrávají, a růstu epitaxních struktur. Byla vypracována řada modelů růstu, z nichž zmíním alespoň shlukování omezené difuzí (Diffusion-Limited Aggregation, DLA) [7], které nacházejí uplatnění nejen ve fyzice povrchů a technických aplikacích, ale i např. v biologii nebo chemii. Pro tuto práci je nejdůležitějším závěrem teorie růstu tenkých vrstev škálování rozdělení velikostí ostrůvků na povrchu s teplotou a pokrytím a vlastnosti škálovacích funkcí.

Atomární procesy, ke kterým může při epitaxním růstu na povrchu docházet, jsou přehledně znázorněny na obrázku 2.1. V našem problému hrají podstatnou roli povrchová migrace, nukleace a připojování atomů k ostrůvkům, případně rozpad dimerů a odpojení atomů od ostrůvku. Ostatních znázorněné procesy pro nás nejsou podstatné, nebo k nim dokonce nedochází. V našich experimentech nicméně probíhají i další procesy, které zde znázorněny nejsou – připojování atomů ke schodům na povrchu, přeskoky přes schody a interakce atomů adsorbátu s defekty na povrchu[1] – ale v zájmu jednoduchosti dalších úvah je zanedbám.



Obrázek 2.1: Atomární procesy při epitaxním růstu. a) adsorpce. b) povrchová migrace. c) tvorba dimerů (nukleace ostrůvku). d) připojení atomu k existujícímu ostrůvku. e) odpojení atomu od ostrůvku. f) migrace podél hrany ostrůvku. g) přeskok přes atomární schod. h) nukleace v další vrstvě. i) desorpce z povrchu. j) rozpad dimeru. Zdroj [9].

2.1 Povrchová migrace

Po adsorpci na povrch pevné látky se adatom nachází v periodickém potenciálu tvořeným jámami oddělenými energetickými bariérami. Atom se pohybuje přeskoky mezi stabilními pozicemi, frekvenci překoků ν lze vyjádřit Arrheniovým

[1] Přítomnost defektů může ovlivnit povrchovou migraci atomů a nukleaci ostrůvků.

zákonem:

$$\nu = \nu_0 \exp\left[-\frac{E_a}{k_B T}\right], \tag{2.1}$$

kde ν_0 je prefaktor vyjadřující frekvenci atomárních vibrací (každá vibrace atomu se v podstatě považuje za pokus o překonání energetické bariéry), E_a je aktivační energie (výška bariéry), k_B Boltzmannova konstanta a T termodynamická teplota. Velikost prefaktoru závisí na hloubce a tvaru jámy a na teplotě, ale v prvním přiblížení se jeho velikost obvykle uvažuje jako $\approx 10^{13}$.

Můžeme zavést koeficient povrchové difuze D jako

$$D \propto a^2 \exp\left[-\frac{E_a}{k_B T}\right], \tag{2.2}$$

kde a je efektivní vzdálenost mezi dvěma minimy potenciálové energie na povrchu. V počáteční fázi růstu a při stálé hodnotě depoziční rychlosti vyjadřuje tento koeficient průměrnou vzdálenost, kterou adatom urazí, než než najde ostrůvek, ke kterému by se mohl připojit nebo se setká s dalším migrujícím adatomem a vytvoří nový ostrůvek [8].

Povrchová migrace probíhá i přes rozhraní atomárních teras. V některých systémech na atomárních schodech existuje další energetická bariéra, která zpomaluje migraci mezi terasami, což může vést k ostrůvkovitému růstu. [8]. Pokud v takovém systému vyžadujeme růst typu „vrstva po vrstvě“, je třeba nalézt depoziční podmínky, při kterých adatomy překonají rozhraní teras dřív, než nukleují v nové vrstvě.

Migrace podél hran ostrůvků zásadně ovlivňuje jejich morfologii. Atom na okraji ostrůvku se díky většímu počtu sousedů nachází v hlubší potenciálové jámě než na volném povrchu a odpoutání od ostrůvku je pro něj energeticky náročnější. S větší četností se bude pohybovat podél okraje ostrůvku. Pokud je atomům dovoleno relaxovat, najdou si energeticky výhodnou pozici, což je ta s největším možným počtem sousedů, a rostou kompaktní ostrůvky. V opačném případě (tj. žádná nebo omezená relaxace) rostou na povrchu dendritické útvary [8].

2.2 Nukleace a růst ostrůvků

Nukleace nových ostrůvků a připojování atomů k existujícím jsou vzájemně kompetitivní procesy. Hustota ostrůvků N roste s depoziční rychlostí F, naopak s rostoucím koeficientem povrchové difuze D se atomy snáze připojí k již existujícím. Tuto závislost lze vyjádřit jako

$$N \propto \frac{F^p}{D^q}, \tag{2.3}$$

kde p a q jsou kladná čísla a jejich hodnoty závisí na mechanismu růstu [8].

Při připojení atomu k ostrůvku se mění volná energie ostrůvku, která se skládá ze dvou členů. První z nich je záporný, přispívají k němu přitažlivé síly mezi atomy a klesá s rostoucím počtem atomů tvořících ostrůvek. Druhým je tzv. volná energie hranice, kterou lze považovat za jednorozměrný ekvivalent povrchové volné energie (povrchového napětí) a přispívají k ní nenasycené vazby atomů na hranici ostrůvku. S volnou energií ostrůvku souvisí pojem *kritické velikosti ostrůvku* i. Ostrůvky tvořené alespoň $i + 1$ atomy jsou stabilní – přidání dalšího

atomu sníží celkovou volnou energii ostrůvku, zatímco jeho odebrání by ji zvýšilo. U menších ostrůvků dominuje volná energie hranice, celková volná energie odebráním atomu klesá a podkritické ostrůvky mají tendenci se rozpadat. Velikost i v daném systému závisí na teplotě a přesycení [8].

2.3 Kinetické rovnice

Časový vývoj koncentrace adatomů n_1 a ostrůvků velikosti s n_s lze popsat sadou obyčejných diferenciálních rovnic, tzv. kinetickými rovnicemi. Jejich obecný tvar lze formulovat takto:

$$\begin{aligned} \frac{dn_1}{dt} &= F - \frac{n_1}{\tau} \\ \frac{dn_s}{dt} &= U_{s-1} - U_s, \end{aligned} \tag{2.4}$$

kde F je depoziční rychlost, τ je časová konstanta spojená s procesy, kterými se snižuje koncentrace jednotlivých adatomů na povrchu[2], a U_j vyjadřuje rychlost přeměny ostrůvku složeného z j atomů na ostrůvek tvořený $j+1$ atomy. Časovou závislost lze převést na závislost na pokrytí θ vztahem $\theta = Ft$ [9, 10].

Při formulaci rovnic záleží, jaké procesy na povrchu uvažujeme. Při zanedbání desorpce z povrchu, dopadu atomů na ostrůvky a koalescence ostrůvků roste koncentrace jednotlivých adatomů na povrchu depozicí, odpojením od ostrůvků a rozpadem dimerů, klesá připojením k ostrůvkům a nukleací nových. Ostrůvky velikosti s vznikají přidáním atomu k ostrůvku velikosti $s-1$ a odpojedním atomu od ostrůvku velikosti $s+1$, opačnými procesy jejich koncentrace klesá. Kinetické rovnice můžeme napsat ve tvaru

$$\begin{aligned} \frac{dn_1}{dt} &= F - 2D\sigma_1 n_1^2 - Dn_1 \sum_{s>1} \sigma_s n_s + 2K_2 n_2 + \sum_{s>2} K_s n_s \\ \frac{dn_s}{dt} &= Dn_1 \left(\sigma_{s-1} n_{s-1} - \sigma_s n_s\right) - K_s n_s + K_{s+1} n_{s+1}, \end{aligned} \tag{2.5}$$

kde D je koeficient povrchové difuze a σ_s jsou tzv. *záchytná čísla* vyjadřující efektivitu zachycení migrujících adatomů ostrůvky velikosti s, v případě σ_1 jde o efektivitu nukleace. Čísla K_s vyjadřují rychlost odpojování atomů z ostrůvků velikosti s, K_1 je rychlost rozpadu dimerů [9, 11].

Pro další postup je třeba učinit předpoklad o závislosti $\sigma_s(\theta)$ a $K_s(\theta)$. Záchytným číslům byla v minulosti věnována větší pozornost, čísla K_s lze při předpokladu nevratného růstu (např. při nízkých teplotách) položit rovna nule [9]. Prostřednictvím σ_s a K_s vstupuje do kinetických rovnic závislost na morfologii ostrůvků a jejich rozložení na povrchu. Záchytná čísla byla počítána analyticky na základě rovnic difuze [10], i odvozena pomocí kinetických Monte Carlo (KMC) simulací [12]. Ukazuje se, že souvisí s velikostí záchytné zóny ostrůvku, definované jako oblast povrchu blíž ostrůvku v ní ležícímu než kterémukoliv jinému [12, 13] a pozdější práce se pokušejí tento vztah nalézt a definovat [14, 15].

[2]Může jít o desorpci, nukleaci, připojení k ostrůvkům a jiné procesy. Každý z nich můžeme charakterizovat vlastní časovou konstantou (τ_d, τ_n, τ_c) a platí $\tau^{-1} = \tau_d^{-1} + \tau_n^{-1} + \tau_c^{-1}$.

2.4 Škálovací teorie

Rozdělení velikostí 2D ostrůvků je škálovatelné s teplotou a pokrytím (resp. časem). Podkladem pro tvorbu škálovací teorie bylo experimentální pozorování škálování koncentrace ostrůvků N při homoepitaxi Si na Si(100) s teplotou jako $N \propto D^{-\chi}$, kde D je teplotně závislý koeficient povrchové difuze (viz rovnice 2.2 a 2.3) [16].

Bartelt a Evans [17, 18] vypracovali škálovací teorii platnou pro růst typu „vrstva po vrstvě“, velké hodnoty difuzního koeficientu a nízká pokrytí, kdy nedochází k vzájemné interakci mezi ostrůvky. Rozdělení velikostí ostrůvků podléhá škálovací relaci

$$n_s \sim \frac{\theta}{s_{av}^2} f\left(s/s_{av}\right), \tag{2.6}$$

kde $s_{av} = \sum_s s n_s / \sum_s n_s$ je střední velikost ostrůvku a $f\left(s/s_{av}\right)$ je *škálovací funkce*.

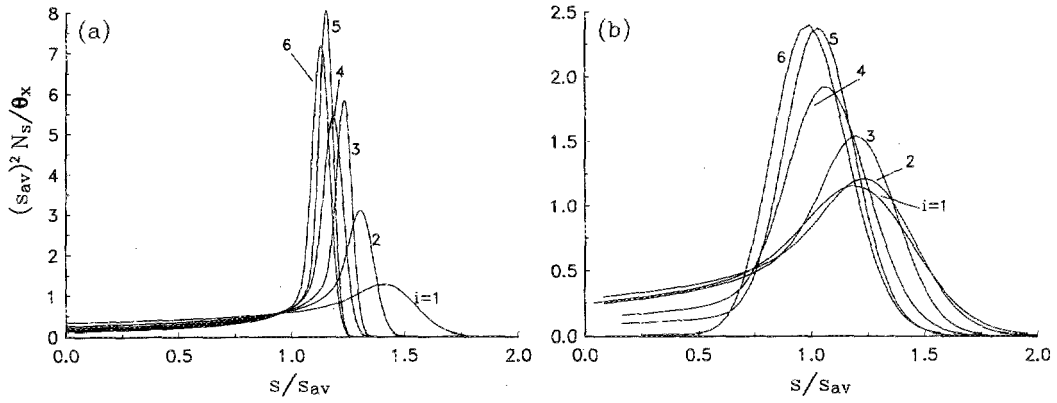
Jediný požadavek, který je na škálovací funkci kladen, je

$$\int f(x)dx = \int x f(x)dx = 1. \tag{2.7}$$

Její tvar (a tedy i tvar rozdělení velikostí ostrůvků) je určen rozdělením v počáteční fázi růstu, závisí tak na mechanismu růstu v daném systému. Vztah 2.6 i vlastnosti škálovací funkce byly následně odvozeny analytickým řešením kinetických rovnic 2.5 pouze za nutné a postačující podmínky škálování záchytných čísel σ_s a rychlosti rozpadu ostrůvků K_s, aniž by byly činěny předpoklady o jejich konkrétním tvaru [11].

Monomodální škálovací funkce

Monomodální rozdělení (neboli s jedním maximem) bylo získáno při předpokladu růstu daleko od termodynamické rovnováhy. Systému v takovém stavu není dovoleno relaxovat. Důležitou veličinou charakterizující stav systému je poměr difuzního koeficientu a depoziční rychlosti D/F. Čím menší je tento poměr, tím je systém vzdálenější rovnováze.



Obrázek 2.2: Monomodální škálovací funkce získaná z kinetických rovnic při velikosti kritického ostrůvku i pro a) izotropní povrchovou migraci, b) silně anizotropní povrchovou migraci. Zdroj [19].

Často se uvažuje existence kritického ostrůvku nebo zcela nevratný růst ($i = 1$), z tohoto předpokladu vycházeli i Bartelt a Evans při formulaci škálovací teorie [17, 18]. Typický tvar škálovací funkce odvozený z kinetických rovnic a trend při rostoucí velikosti kritického ostrůvku je na obrázku 2.2.

Jedněmi z prvních experimentů potvrzujících škálovací teorii byla STM měření při homoepitaxi kovů, při kterých byla pozorována právě monomodální škálovací funkce [19, 20]. Stejný tvar rozdělení velikostí vykazují i ostrůvky Al při heteroepitaxi na Si(100) při teplotách menších než 250 °C [21].

Monotónně klesající škálovací funkce

Monotónně klesající škálovací funkci odvodili pro 1D útvary Tokar a Dreyssé při předpokladu růstu v termodynamické rovnováze [22]. Lze se mu přiblížit při vyšší teplotě a malé depoziční rychlosti, které umožňují systému relaxovat. Rovnovážnou hustotu ostrůvků lze vyjádřit jako

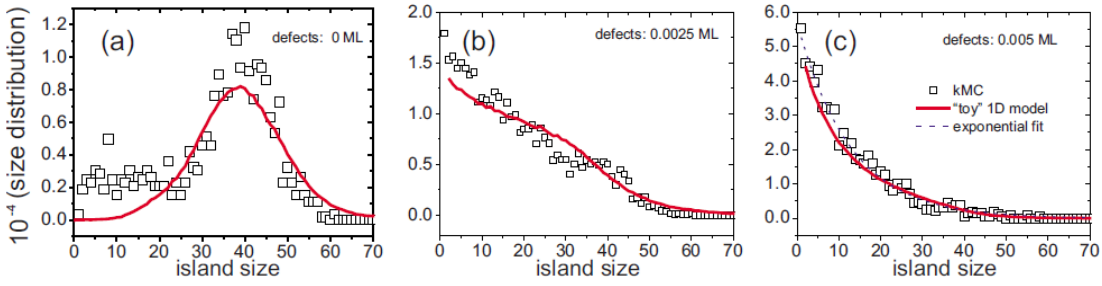
$$n_s = \exp\left[\frac{\mu s - E(s)}{k_B T}\right] \tag{2.8}$$

kde μ je chemický potenciál, $E(s)$ energie ostrůvku tvořeného s atomy, k_B Boltzmannova konstanta a T termodynamická teplota. Toto rozdělení podléhá škálování dle vztahu 2.6 se škálovací funkcí

$$f(x) = \exp(-x). \tag{2.9}$$

Druhým modelem, který vykazuje monotónně klesající škálovací funkci je nevratný růst 1D ostrůvků s anizotropní povrchovou migrací a přítomností reaktivních defektů na povrchu, které se chovají jako preferenční nukleační centra. Pokud jsou vzdálenosti mezi defekty menší než velikost záchytné zóny ostrůvku, dochází pouze k heterogenní nukleaci a růst je řízen koncentrací defektů [23]. Přechod od monomodálního k monotónně klesajícímu rozdělení s rostoucí koncentrací defektů je znázorněn na obrázku 2.3.

Ke stejnému typu škálovací funkce vede i třetí model uvažující nevratný 1D



Obrázek 2.3: Změna monomodálního rozdělení na monotónně klesající s rostoucí koncentrací defektů. Body znační výsledky kinetických Monte Carlo simulací, červená čára výsledky jednoduchého 1D modelu, čárkovaně exponenciální fit. Zdroj [23].

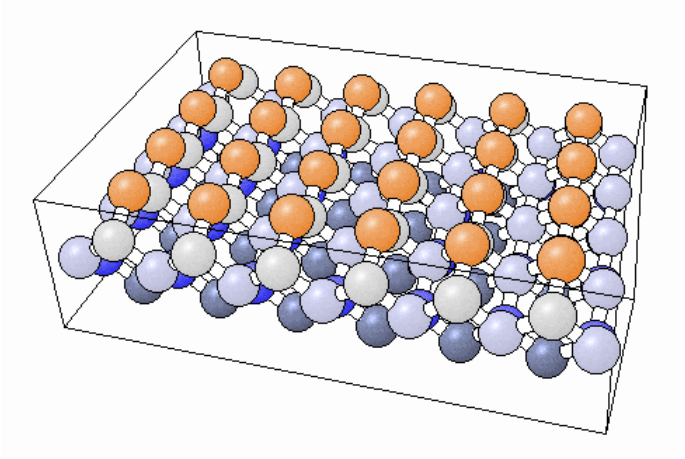
růst s anizotropní povrchovou migrací a přítomností zakázaných oblastí podél ostrůvků, kudy atomy nemohou migrovat [24].

Monotónně klesající rozdělení velikostí ostrůvků bylo naměřeno při studiu heteroepitaxe In a Ga na Si(100) při pokojové teplotě. V obou případech hraje roli i heterogenní nukleace na defektech na křemíkovém povrchu [24, 25, 26]. Stejný typ rozdělení vykazují na Si(100) při pokojové teplotě i cínové ostrůvky [21].

3. Povrch Si(100)

Křemík je nepostradatelným materiálem v polovodičovém průmyslu, kde se používá k výrobě waferů sloužících jako substrát při výrobě čipů. Povrchová rovina waferů je nejčastěji právě (100). Strukturní a elektronové vlastnosti povrchu Si(100) byly v posledních desetiletích intenzivně zkoumány.

Křemík krystalizuje v kubické soustavě s mřížovou konstantou $a_0 = 5,43\,\text{Å}$. Mřížka je diamantového typu, každý atom je tedy vázán čtyřmi směrovými kovalentními vazami ke svým sousedům. Štípnutím krystalu podél roviny (100) vznikne povrch s uspořádáním 1×1 s čtvercovou symetrií a mřížovou konstantou $a = \frac{a_0}{\sqrt{2}} = 3,84\,\text{Å}$. Model tohoto povrchu je na obrázku 3.1.



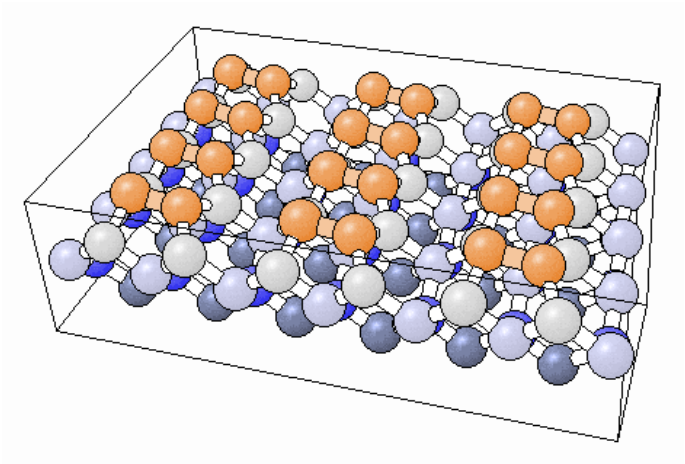
Obrázek 3.1: Povrch Si(100)1×1. Zdroj [27].

3.1 Povrchové rekonstrukce

Každý atom na nerekonstruovaném povrchu Si(100) má dvě volné vazby mířící do prostoru. Toto uspořádání není energeticky výhodné a povrch má tendenci své volné vazby nasytit. Při dodání energie (např. žíhnutím) dochází k rekonstrukci povrchu a vzniku uspořádání 2×1. Na povrchu se nacházejí dimerové řádky mířící ve směru [110] nebo [1$\bar{1}$0]. Atomy v nich jsou vázány kovalentní σ vazbou a slabou π vazbou, která se rozpadá při chemisorpci adsorbátu [28, 29]. Na rozhraní atomárních teras jsou řádky vzájemně kolmé. Model povrchu Si(100)2×1 je na obrázku 3.2.

Atomy v dimeru jsou uspořádány asymetricky, jak je naznačeno na bočním pohledu na obrázku 3.3. Atomy v pozici „up“ a „down“ se podél řádku pravidelně střídají. Dimery při pokojové teplotě konají tzv. *flip-flop pohyb* – tepelně aktivované překlápění s frekvencí mnohem vyšší než skenovací rychlost STM. Důsledkem je vystředování polohy atomů v STM obraze a zobrazení rekonstrukce 2×1. Defekty na povrchu mohou způsobit zastavení flip-flop pohybu a zobrazení asymetrických dimerů [30, 31].

Shigekawa [31] argumentuje, že překlápění dimerů musí být korelované podél celého řádku. Tuto korelaci vysvětluje existencí tzv. P defektů – míst, kde se v řádku vedle sebe nacházejí dva dimery naklopené na stejnou stranu – a jejich



Obrázek 3.2: Povrch Si(100)2×1. Zdroj [27].

rychlým pohybem podél řádku.

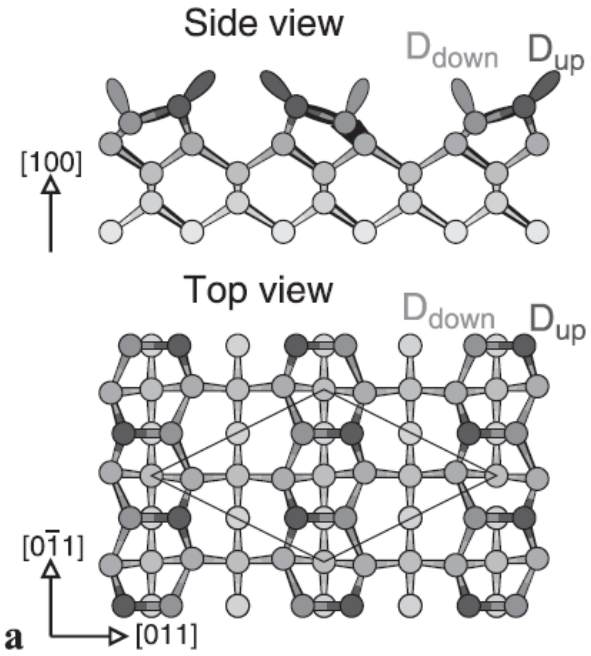
Při snižování teploty rychlost flip-flop pohybu klesá a pozorujeme rostoucí podíl asymetrických dimerů. Dimerové řádky vypadají v STM obraze jako klikaté čáry. Při teplotě přibližně 200 K dochází na povrchu k fázovému přechodu druhého druhu a rekonstrukce $p(2 \times 1)$ je nahrazena rekonstrukcemi $p(2 \times 2)$ a $c(4 \times 2)$, které se liší vzájemnou interakcí mezi řádky. S klesající teplotou roste podíl rekonstrukce $c(4 \times 2)$, zatímco podíl rekonstrukce $p(2 \times 2)$ fluktuuje bez určitého trendu [32, 33, 34]. Za stav s nejnižší energií je považována rekonstrukce $c(4 \times 2)$ – výsledky ab-initio výpočtů [35, 36] uvádějí malý energetický rozdíl mezi $c(4 \times 2)$ a $p(2 \times 2)$ v řádu několika meV na dimer[1], nicméně další [37] žádný energetický rozdíl neuvádějí. Zároveň se ukazuje, že interakcí STM hrotu s povrchem lze dosáhnout přechodu mezi těmito rekonstrukcemi [38].

Na obrázku 3.3 je náčrtek uspořádání atomů v rekonstrukci $c(4 \times 2)$ s vyznačenou základní buňkou povrchové mříže. Zobrazení rekonstrukcí $c(4 \times 2)$ a $p(2 \times 2)$ v STM obraze je patrné na obrázku 3.4.

3.2 Elektronová struktura povrchu

Spektroskopická měření [39, 40] i teoretické práce [35, 37, 41] prokazují polovodivý charakter rekonstruovaného povrchu Si(100). Zmíněné výpočty naznačují, že symetrické dimery by měly být kromě σ vazby spojeny také kovalentní π vazbou a měly by mít kovový charakter. Naklopené dimery jsou nicméně energeticky výhodnější. Dochází v nich k přesunu náboje ze spodního atomu na horní a π vazba se stává částečně iontovou. To vede k posunu vazebného π orbitalu k nižším energiím a antivazebného π^* orbitalu k vyšším energiím [37, 42]. Vzniká tak zakázaný pás o šířce přibližně 0,9 eV [39].

[1] Pro srovnání: energetický rozdíl mezi nerekonstruovaným povrchem a rekonstrukcí $p(2 \times 1)$ je dle [35] 1,8 eV na dimer a rozdíl mezi $p(2 \times 1)$ a $p(2 \times 2)$ 0,17 eV na dimer.



Obrázek 3.3: Rekonstrukce $c(4 \times 2)$ povrchu Si(100). Asymetrické dimery jsou uspořádány do řádků ve směru $[1\bar{1}0]$. Ve svrchním pohledu je vyznačena základní buňka povrchové mříže. Zdroj [40].

3.3 Defekty na Si(100)

Přítomnost defektů na povrchu může významně ovlivňovat jeho elektronické a chemické vlastnosti a hrát zásadní roli v růstu epitaxních struktur. Vzhledem k technologickému významu povrchu Si(100) a pokračující miniaturizaci polovodičových součástek, pro než slouží jako substrát, bylo studiu defektů a jejich vlivu na Si(100) věnováno mnoho úsilí. Vedle již zmíněného P defektu existuje řada dalších, z nichž nejvýznamnější popsali Hamers a Köhler [39]. O nich a některých dalších se zmíním v této sekci.

A defekt

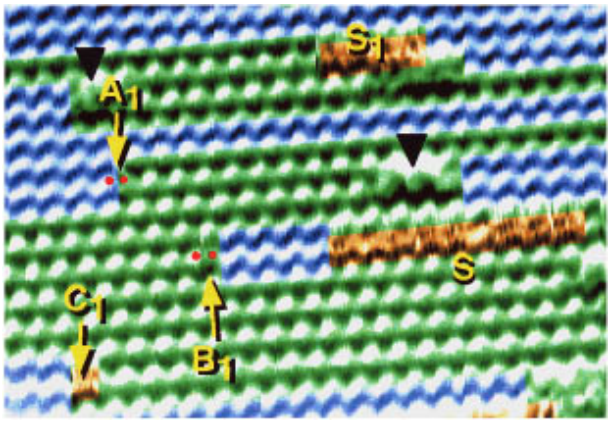
Defekt typu A je chybějící křemíkový dimer v řádku. V STM obraze se v zobrazení prázdných i plných stavů jeví jako prohlubeň v povrchu [39]. Pravděpodobně vzniká spojením dvou jednoatomárních vakancí, které mohou rychle migrovat podél řádku a při setkání vytvoří stabilní dimerovou vakanci [43].

B defekt

B defekt je tvořen dvěma dimerovými vakancemi v řádku za sebou. V STM se opět zobrazí jako prohlubeň [39].

Split-off dimer

Tzv. *split-off dimer* je dimer oddělený od ostatních dimerů v řádku jednou nebo více vakancemi. Zatímco běžné dimery se v STM zobrazí jako protáhlé vyvýšeniny, split-off dimer vypadá jako dva světlé body, což je způsobeno tím, že atomy

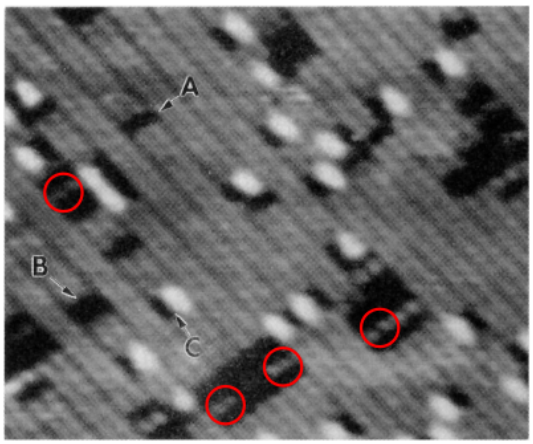


Obrázek 3.4: STM obraz povrchu Si(100) při teplotě 6 K, napětí 1,5 V. Zeleně vyznačena rekonstrukce $c(4 \times 2)$, modře $p(2 \times 2)$, zlatě zašuměné oblasti. Dvojice červených teček označují P defekty, černé trojúhelníky C defekty. Zdroj [31].

v dimeru nejsou spojeny π vazbou a každý z nich se π vazbou váže k atomu podpovrchové vrstvy [44]. Specifická kombinace defektů tvořená split-off dimerem odděleným od dimerového řádku na jedné straně jednou a na druhé dvěma dimerovými vakancemi byla popsána jako U defekt [45].

Split-off dimery a vakanční defekty se mohou uspořádat do linií kolmých na dimerové řádky – tzv. *řádků chybějících dimerů* – a vytvořit tak rekonstrukci $2 \times n$. Linie mohou vzniknout různými způsoby, mezi často uvažovanými je kontaminace povrchu některými kovy (např. niklem) nebo následkem pnutí po žíhání povrchu nad 900 °C a rychlém ochlazení [46, 47].

Defekty typu A, B a split-off dimery jsou na obrázku 3.5.



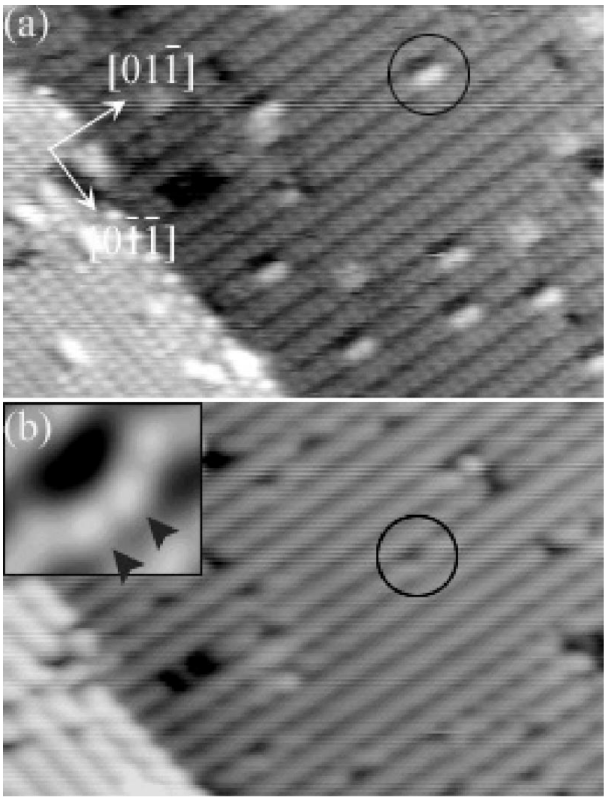
Obrázek 3.5: Defekty typu A, B a C na povrchu Si(100) při napětí na vzorku 1,6 V (označeny písmeny). Červeně jsem zvýraznil některé split-off dimery. Zdroj [39].

C defekt

Podstata C defektu zůstávala dlouho neznámá. Hossain [48] ukázal, že jde o disociovanou molekulu vody navázanou na stejné straně dvou sousedních dimerů v řádku. C defekt se v STM obraze jeví jako prohlubeň v zobrazení plných stavů a jako vyvýšenina v zobrazení prázdných stavů (viz obrázek 3.6). Ovlivňuje

uspořádání okolních křemíkových dimerů a i při pokojové teplotě může zastavit flip-flop pohyb a zafixovat dimery v asymetrické poloze. Při nízké teplotě se může chovat jako „měnič fáze“ a oddělovat rekonstrukce $c(4 \times 2)$ a $p(2 \times 2)$ [45, 48]. Spektroskopická měření prokázala kovový charakter C defektu a snížení výstupní práce povrchu v jeho okolí [39].

C defekt je pro tuto práci významný, protože ovlivňuje růst struktur některých kovů III. skupiny na povrchu Si(100). C defekty se mohou chovat jako preferenční nukleační centra [25, 26, 49].



Obrázek 3.6: STM obraz povrchu Si(100) při teplotě 300 K. Černým kroužkem zvýrazněn C defekt. (a) Zobrazení prázdných stavů, $U = 1,4\,\mathrm{V}$. (b) Zobrazení plných stavů, $U = -1,9\,\mathrm{V}$, v rohu detail C defektu. Zdroj [48].

P defekt

P defekt je tvořen dvěma křemíkovými dimery za sebou v řádku naklopenými na stejnou stranu. Jeho rychlá migrace při pokojové teplotě způsobuje překlápění dimerů a jejich symetrickou podobu v STM obraze. Jako „měnič fáze“ ho nacházíme na rozhraní rekonstrukcí $c(4 \times 2)$ a $p(2 \times 2)$ [31].

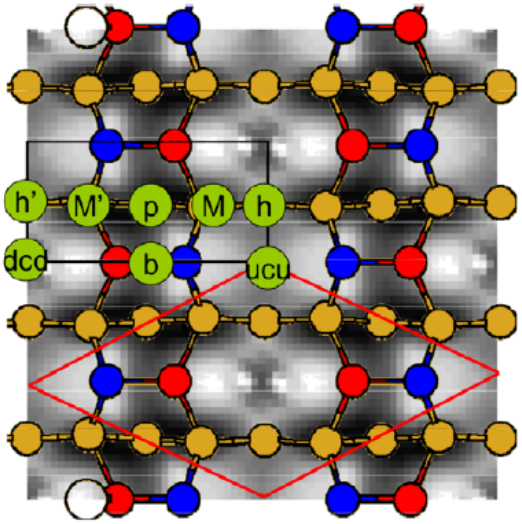
4. Hliník na Si(100)

Dlouhé řetízky tvořené kovy III. a IV. skupiny na povrchu Si(100) byly poprvé pozorovány pomocí STM na začátku 90. let minulého století Nogamim, Baskim a Quatem [50, 51]. Přestože jejich výzkum probíhá už přes dvě desetiletí, stále nebyl vytvořen model růstu, který by uspokojivě vysvětloval všechny jejich vlastnosti. Zejména hliníkové struktury vykazují řadu specifik, kterými se liší od zbylých kovů III. skupiny. Podrobně se zaměřím pouze na ně, protože jsou hlavním tématem této práce, ale v závěru kapitoly srovnám vlastnosti hliníkových, indiových a galiových řetízků.

4.1 Adsorpce Al na povrch Si(100)

Studium adsorpčních pozic adatomu Al na povrchu Si(100) probíhalo především prostřednictvím *ab-initio* výpočtů, jejichž závěry jsou navzájem různé [52, 53, 54]. Za stabilní pozici je všeobecně považována pozice M, ve které je adatom vázán dvěma křemíkovými atomy ze sousedních dimerů v řádku nad atomem křemíku druhé vrstvy. Takeuchi [52] dále popisuje nesymetrickou pozici mezi dvěma křemíkovými dimery v řádku, kde je adatom vázán třemi křemíkovými atomy. Zorn [53] jako nejstabilnější uvádí pozici *bridge* uprostřed křemíkového dimeru.

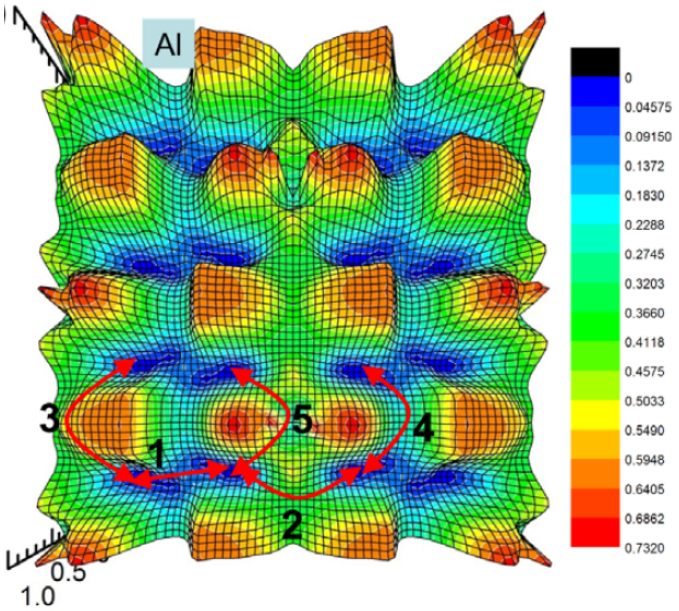
Albao [54] užitím teorie funkcionálu hustoty (DFT) vypočítal plochu potenci-



Obrázek 4.1: Možné adsorpční pozice hliníku na povrchu Si(100). Zeleně symetrické body, kde se adsorpční pozice mohou nacházet, modře a červeně atomy Si v povrchové vrstvě (modře ve vyšší, červeně v nižší pozici v nesymetrickém dimeru), hnědě atomy Si v nižších vrstvách. Červená čára vyznačuje základní buňku rekonstrukce $c(4 \times 2)$. V pozadí ve stupních šedi plocha potenciální energie. Zdroj [54].

ální energie pro atomy Al, In a Ga nad povrchem Si(100)$c(4\times2)$. Identifikoval šest symetrických bodů, kde se mohou nacházet adsorpční pozice. Ty jsou i s plochou potenciální energie znázorněny na obrázku 4.1. Nejstabilnější je bod M, ostatní

jsou metastabilní, nebo jde o sedlové body, a uplatňují se při povrchové migraci. Relaxované polohy atomů mohou být vůči těmto symetrických bodům mírně posunuty. Pozice *pedestal* (p), která přibližně odpovídá Takeuchiho nesymetrické pozici, má potenciální energii vůči M vyšší jen o $0,036\,\mathrm{eV}$.



Obrázek 4.2: Plocha potenciální energie atomu Al na povrchu Si(100$c(4 \times 2)$ a možné dráhy přeskoků (červeně). Barevná stupnice udává hodnoty potenciální energie v eV. Zdroj [54].

4.2 Povrchová migrace

Rekonstruovaný povrch Si(100) je anizotropní a rozlišujeme směry podél dimerových řádků a kolmo přes ně. Dá se očekávat, že i migrace adatomů po povrchu bude anizotropní se dvěma aktivačními energiemi – $E_{\parallel}$ pro přeskoky rovnoběžné s dimerovými řádky a $E_{\perp}$ pro překoky přes řádky. Nicméně nepanuje shoda v jejich hodnotách, ani v tom, který směr je preferovaný. Dosavadní výsledky shrnuje tabulka 4.1.

Rozdílné hodnoty aktivačních energií mohou být způsobeny rozdílnými mo-

Tabulka 4.1: Přehled aktivačních energií povrchové migrace Al na Si(100) dle dosavadních výzkumů.

	Brocks [55]	Albao [54]	Rozbořil [56]	Kučera [57]
$E_{\parallel}$ [eV]	0,3	0,305	0,8	0,32
$E_{\perp}$ [eV]	0,1	0,466	0,6	-

dely použitými k jejich určení. Brocks [55] získal hodnoty aktivačních energií *ab-initio* výpočty s modelem symetrických křemíkových dimerů. Preferovaný směr je dle něj kolmo přes řádky, ale anizotropie povrchu není při pokojové a vyšší teplotě výrazná. Výsledkem Albaových DFT výpočtů [54] je model systému při nulové teplotě, kdy se na povrchu Si(100) nachází rekonstrukce $c(4 \times 2)$. Albao popsal

pět drah, kterými může adatom migrovat mezi jednotlivými symetrickými body, přičemž efektivní energetická bariéra pro přeskok podél řádku je určena nejsnazší cestou (M-p-b-p-M), bariéra pro přeskok přes řádky naopak dráhou s vyšší aktivační energií. Rychlý směr povrchové migrace je rovnoběžný s řádky. Přeskokové dráhy jsou znázorněny na obrázku 4.2.

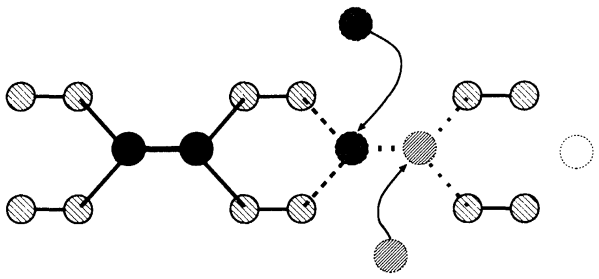
Na našem pracovišti byly k určení aktivačních energií použity KMC simulace (diplomová práce F. Rozbořila [56]) a *in-vivo* STM měření (M. Kučera [57]), což je dosud jediný experiment, který byl v tomto směru proveden. Simulace modelovaly růst při pokojové teplotě na povrchu s rekonstrukcí 2×1 a směr přes řádky se ukázal jako preferovaný, hodnoty aktivačních energií jsou výrazně vyšší než v dřívějších pracích. Při *in-vivo* STM měřeních při teplotě 115 K byly pozorovány přeskoky jednotlivých adatomů, ke kterým docházelo ale jen podél křemíkových řádků, byla tedy určena pouze aktivační energie těchto přeskoků. Pokud se preferované směry povrchové migrace při nízkých teplotách a při pokojové teplotě opravdu liší, lze příčinu tohoto rozdílu hledat v tepelné aktivaci překlápění křemíkových dimerů při teplotě 200 K a ovlivnění povrchové migrace flip-flop pohybem.

4.3 Růst hliníkových řetízků

Hliníkové atomy tvoří na povrchu Si(100) dimery orientované paralelně s dimery křemíku. Atomy se nacházejí v pozici M a jsou vázány dvěma vazbami k substrátu a jednou ke svému partneru v dimeru, jak je naznačeno na obrázku 4.3. Další dimery se tvoří vedle již existujících tak, že vznikají dimerové řetízky kolmé na křemíkové řádky [50, 55, 58, 59]. Přítomnost adsorbátu způsobuje symetrizaci křemíkových dimerů, které ho vážou [55].

Mechanismus růstu řetízků popsal Brocks [55] jako *povrchovou polymerizační reakci* a schematicky je znázorněna na obrázku 4.3. Na vazbě Al-Si se podílejí valeční elektrony křemíku, které se v křemíkovém dimeru účastnily π vazby. Na konci řetízku tak vzniká reaktivní adsorpční pozice s vyšší adsorpční energií než na čistém povrchu, protože pro adsorpci už není potřeba rozbít Si-Si π vazby. Adatom v ní s větší pravděpodobností zůstane déle, než v jiných pozicích a má větší šanci zachytit další migrující adatom a vytvořit stabilní dimer. Reaktivní pozice se posouvá na nově vzniklý konec řetízku a řetízek může růst do délky.

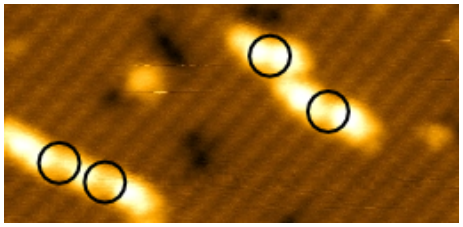
Hliníkové řetízky se vyznačují výskytem tzv. *kolen*, což jsou místa, ve kterých



Obrázek 4.3: Povrchová polymerizační reakce. Šrafovaně křemíkové atomy, černě stabilní hliníkový dimer a hliníkový adatom v preferované adsorpční pozici, šedě adatom doplňující druhý dimer. Zdroj [55].

řetízek neroste rovně, ale je posunutý o periodu povrchu Si(100) $a = 3,84\,\text{Å}$. Hliníkové řetízky s označenými koleny jsou na obrázku 4.4. Růst kolen vysvětlujeme existencí dalších preferovaných adsorpčních pozic vedle té, ve které by řetízek rostl přímo. Při adsorpci v těchto pozicích je třeba rozbít jednu π vazbu v křemíkovém dimeru, příslušná adsorpční energie je proto menší než v případě přímého růstu. Pokud je systému dovoleno relaxovat, adatom s větší pravděpodobností přeskočí do výhodnější pozice a kolena nevznikají. Tato hypotéza odpovídá výsledkům předchozích experimentů v naší skupině, při kterých jsme pozorovali pokles koncentrace kolen s rostoucí teplotou.

Řetízky s lichým počtem atomů nebyly na čistém povrchu při pokojové tep-



Obrázek 4.4: Hliníkové řetízky na povrchu Si(100) s černě označenými koleny.

lotě pozorovány [60]. Doba života konce řetízku tvořeného monomerem je zřejmě velmi krátká ve srovnání s dimerovým zakončením, a pokud lichý atom nedimerizuje, odpoutá se a dál migruje po povrchu. Nestabilitu zakončení monomerem potvrzují i teoretické výpočty [54, 61].

Adsorpční pozice přiléhající těsně ke straně řetízku jsou zablokovány nasycením vazeb křemíkových atomů, které vážou atomy řetízku. Minimální vzdálenost mezi dvěma řetízky je tak $2a$ [50, 62].

Při zvyšování pokrytí až do 0,5 ML závisí morfologie povrchu na teplotě substrátu. Při pokojové teplotě jsou řetízky po povrchu rozmístěny náhodně, ale pokud je systému dovoleno relaxovat, projeví se odpudivá interakce mezi řetízky[1] a ty vytvářejí uspořádané fáze. Byla pozorována uspořádání 2×3, 2×5 a 2×2, která s rostoucím pokrytím na povrchu nacházíme v uvedeném pořadí. Rekonstrukce 2×3 dominuje při pokrytí přibližně 0,3 ML. Při vyšším pokrytí převažuje rekonstrukce 2×5 tvořená řetízky vzdálenými střídavě $2a$ a $3a$ [63]. Při pokrytí 0,5 ML má celý povrch symetrii 2×2 a jsou nasyceny všechny vazby atomů substrátu. Růst pokračuje nukleací dalších vrstev a vznikem klastrů, jedná se tedy o růst ve Stranski-Krastanově módu [50].

Byly pozorovány řetízky vázané na defekty typu A a C[2] [60]. Výsledky provedených *ab-initio* výpočtů [54, 64] se neshodují v tom, zda je adsorpční pozice přiléhající k C defektu pro adatom Al preferovaná, nebo ne, z našich dřívějších experimentů nicméně vyplývá, že homogenní nukleace je dominantní. Albao [54] poznamenává, že i v případě neexistující vazby mezi adatomem Al a C defekty může jejich přítomnost růst ovlivnit zablokováním povrchové migrace přes adsorpční pozice obsazené defekty, čímž dojde k efektivnímu snížení difuzního

[1] Přítomnost řetízku vytváří v povrchu pnutí, které se projevuje efektivní odpudivou silou působící mezi řetízky. Její velikost rychle klesá se vzdáleností a mezi řetízky vzdálenými více než $4a$ se již neprojevuje [58]. Brocks [55] odhadl energii odpudivé interakce mezi řetízky v uspořádání 2×2 na 0,1 eV na 1 atom řetízku.

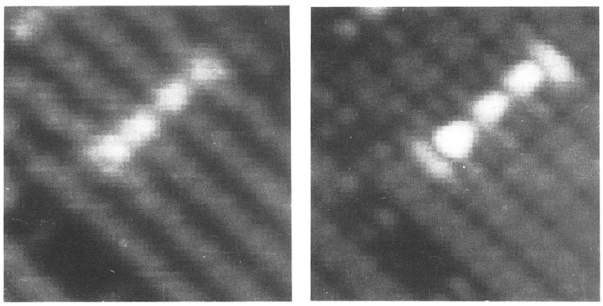
[2] Naměřená data naznačují, že zakončení typu monomer-defekt je stabilní a řetízky vázané na defekty mohou být tvořeny lichým počtem atomů [60].

koeficientu.

Výsledky experimentů provedených v naší skupině prokázaly, že rozdělení délek hliníkových řetízků je v teplotním rozsahu přibližně 300 – 500 K monomodální a svým tvarem odpovídá škálovací funkci pro velikost kritického ostrůvku $i = 1$ [21]. Zde je třeba poznamenat, že vzhledem k nestabilitě „lichých“ konců řetízků nelze zavést kritický ostrůvek ve smyslu definice uvedené v kapitole 2.2, protože liché atomy se od řetízku mohou odpojit vždy nezávisle na jeho velikosti. Můžeme ale formulovat model růstu, ve kterém řetízek nevratně roste přibýváním stabilních dimerů a atomy se z něj nemohou odpojovat. Nestabilní zakončení existuje pouze během tvorby nového dimeru, která probíhá velmi krátce ve srovnání s dobou existence zakončení dimerem.

4.4 Elektronová struktura hliníkových řetízků

V elektronové struktuře řetízků existuje zakázaný pás, což dokazují jak STS experimenty [65], tak výpočty lokální hustoty elektronových stavů [64, 66]. V LDOS nacházíme maximum s energií -0,8 eV (vztaženo k Fermiho hladině), které odpovídá vazbám Al-Si. Ty jsou převážně iontové s posunem náboje k atomu Si [66] a způsobují kontrast v zobrazení plných stavů v STM. Nad Fermiho hladinou existuje výrazné maximum s energií 1,2 eV, které odpovídá prázdnému sp^3 orbitalu hliníkového atomu. Ten míří ven z povrchu a tunelují do něj elektrony v zobrazení prázdných stavů v STM [61]. Hliníkový řetízek v STM zobrazení s vysokým rozlišením je na obrázku 4.5, kde je patrný relativní posun maxim vůči křemíkovým řádkům při změně polarity napětí. Světlé body na koncích řetízku v zobrazení prázdných stavů přísluší přerušeným π vazbám křemíkových atomů u konce řetízku. Každý světlý bod mezi nimi odpovídá jednomu hliníkovému dimeru [62].



Obrázek 4.5: STM zobrazení hliníkových řetízků na povrchu Si(100) při napětí na vzorku a) -2,2 V, b) +1,5 V. Zdroj [62].

4.4.1 Rozdílné zobrazení hliníkových dimerů v STM

Při studiu hliníkových struktur na Si(100) byly v STM obraze pozorovány dimery s rozdílnými úrovněmi jasu, přičemž lze vyloučit, že by rozdíly představovaly pouze artefakt měření. Jsou patrné i v publikovaných článcích, nicméně se jimi autoři nikdy nezabývali [50, 62, 67]. V současnosti jsou rozlišeny tři úrovně – světlá, tmavá a velmi tmavá. Dvě z nich jsou patrné i na obrázku 4.5 b), kde dimer vlevo je

zřejmě světlý a zbylé dva tmavé. Rozdíl v jasu může být způsoben rozdílnou výškou dimeru nebo elektronovou strukturou, nicméně první možnost nepovažujeme za pravděpodobnou. Výsledky *ab-initio* výpočtů naznačují, že dimery v řetízku jsou, co se geometrie týče, rovnocenné. STS měření na světlých a tmavých dimerech ukázala rozdíl v hustotě elektronových stavů nad Fermiho hladinou [65], ale jeho příčina zůstává neznámá. Povrch křemíku v okolí dimerů jednotlivých typů nevykazuje žádné charakteristické poruchy, proto zřejmě můžeme vyloučit i vliv defektů na povrchu. Jako pravděpodobná hypotéza se jeví přítomnost cizích atomů v hliníkových řetízcích, dosud ale neproběhl výzkum, který by ji ověřil a popsal mechanismus, kterým by se nečistoty do řetízků zabudovaly.

4.5 Indium a galium na Si(100): srovnání s Al

Indium a galium tvoří stejně jako hliník na povrchu Si(100) řetízky kolmé na dimerové řádky povrchu [51, 68]. Přestože atomy III. skupiny mají podobné chemické vlastnosti a morfologie i mechanismus růstu řetízků jsou stejné [69], řetízky se v řadě vlastností liší.

Při statistickém zpracování velikostí řetízků se ukázalo, že In i Ga vykazují monotónně klesající rozdělení velikostí [24, 26]. V kapitole 2.4 jsou uvedeny tři modely, které k tomuto rozdělení vedou. Růst In a Ga zřejmě vykazuje vlastnosti více než jednoho z nich: u india byla pozorována preferenční nukleace na C defektech [26, 49], heterogenní nukleace na defektech není zadedbatelná ani u galia, ačkoliv není jasné, nakolik je preferována oproti homogenní [25, 54]. Výsledky *ab-initio* výpočtů [54] uvádějí nižší hodnoty aktivačních energií pro povrchovou migraci, což růst přibližuje termodynamické rovnováze. Anizotropie migrace je u galia méně výrazná než u hliníku, u india zanedbatelná. Růst indiových řetízků je při pokojové teplotě vratný, atomy se mohou odpojit a hledat si výhodnější adsorpční pozici [26]. Řetízky obou kovů mohou být i na čistém povrchu tvořeny lichým počtem atomů [69].

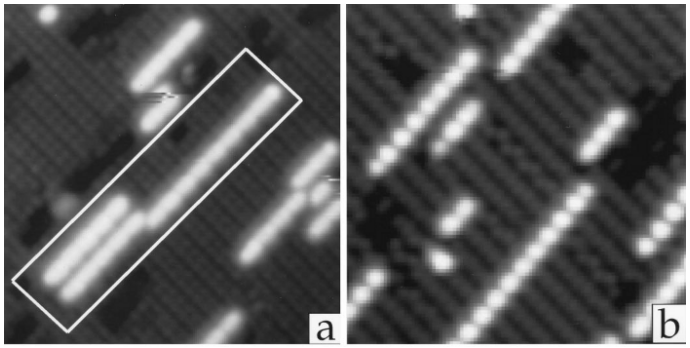
Rozdíly v jasu dimerů v zobrazení STM ani jiné defekty nebyly u indiových a galiových řetízků pozorovány. Nebyla pozorována ani přítomnost kolen. Ta je nicméně u hliníku závislá na teplotě a je možné, že při dostatečně nízké teplotě je nalezneme i u ostatních kovů. Stejně tak můžeme při nízkých teplotách očekávat růst velmi vzdálený termodynamické rovnováze, který se projeví monomodálním rozdělením délek řetízků.

5. Cín na Si(100)

Studium epitaxe cínu na Si(100) bylo původně mimo rozsah této práce. Protože se ale při testování nové aparatury podařilo zobrazit cínové útvary na Si(100) při nízkých teplotách, shrnu v této kapitole nejdůležitější poznatky o cínu na Si(100).

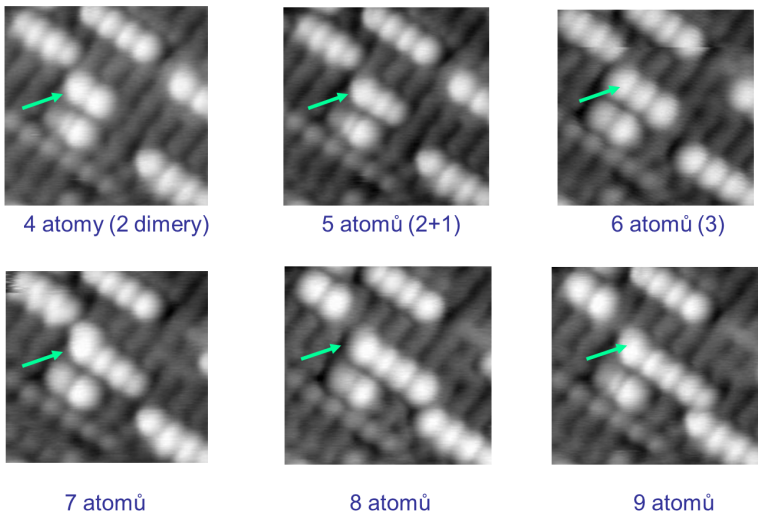
Cín vytváří při pokojové teplotě dlouhé řetízky kolmé na křemíkové dimerové řádky podobně jako kovy III. skupiny. Řetízky jsou také tvořeny dimery, které se k povrchu vážou stejným způsobem jako u kovů III. skupiny (viz obrázek 4.3). Cínové řetízky jsou výrazné v STM v zobrazení prázdných i plných stavů [70]. Zobrazení cínového řetízku v STM je na obrázku 5.1.

S rostoucím pokrytím vytvářejí cínové řetízky oblasti s uspořádáním 2×2,



Obrázek 5.1: Cínový řetízek na Si(100) v zobrazení STM: a) plné stavy, b) prázdné stavy. Řetízky na obrázku a) zřejmě nejsou spojeny koleny, ale vzdáleny o $2a$. Zdroj [71].

mezi nimi se ale náhodně vyskytují prázdné oblasti o šířce $2a - 8a$ ($a = 3,84\,\text{Å}$) a dalekodosahové uspořádání, jaké existuje u kovů III. skupiny, nebylo pozorováno. Nukleace druhé vrstvy začíná dřív, než je pokryt celý povrch [70].



Obrázek 5.2: Růst cínového řetízku (označen šipkou) v zobrazení STM. Na snímcích je patrný rozdíl v jasu mezi zakončeními monomerem a dimerem. Autorem snímků je doc. Sobotík.

Cínové dimery v řetízku mohou být symetrické, ale vyskytují se i naklopené dimery. Jejich podíl je vyšší, pokud se v těsné blízkosti (vzdálenost $2a$) nachází další řetízek, a naklápění je pravděpodobně způsobeno interakcí mezi řetízky zprostředkovanou změnami v povrchové vrstvě křemíku v důsledku přítomnosti řetízku. Byla pozorována zakončení cínových řetízků monomerem [71]. Proces růstu cínového řetízku s patrným rozdílem mezi jasem monomerového a dimerového zakončení v zobrazení STM je na obrázku 5.2.

Cínové řetízky vykazují při pokojové teplotě monotónně klesající rozdělení délek [21].

Albao se v práci [54] odkazuje na nepublikované výsledky naznačující, že povrchová migrace cínových adatomů na Si(100) je anizotropní s preferovaným směrem podél křemíkových řádků.

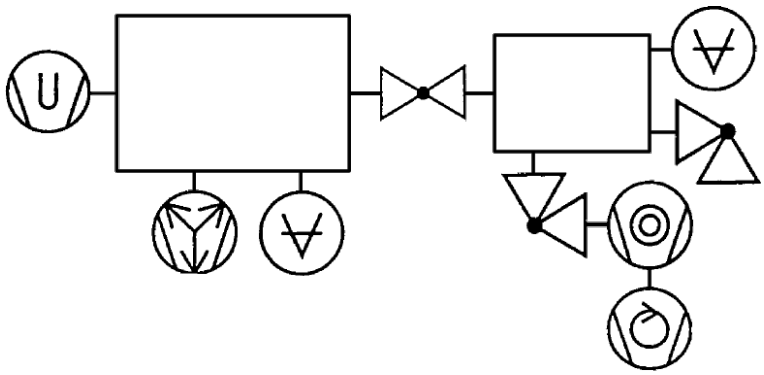
6. Experimentální zařízení

Experimenty probíhaly na dvou ultravakuových (UHV) aparaturách. Podrobně popíšu pouze nové nízkoteplotní zařízení, protože starší aparatura, na které probíhaly experimenty při pokojové teplotě a vyšší, je až na chybějící nízkoteplotní část a rozdílný systém manipulace se vzorky svou konstrukcí velmi podobná.

6.1 Vakuový systém

Vakuové schéma aparatury je na obrázku 6.1. Aparatura je tvořena dvěma vakuovými komorami oddělenými deskovým ventilem. Větší komora obsahuje STM systém, vypařovadla kovů, chladicí systém, manipulátor a dělo pro iontový bombard a je čerpána iontově sorpční a titanovou sublimační výv̌vou. V komoře je umístěn ionizační vakuometr.

Menší komora slouží jako přechodová a umožňuje vkládání vzorků a hrotů pro



Obrázek 6.1: Vakuové schéma aparatury. Použité symboly odpovídají normě DIN 28 401.

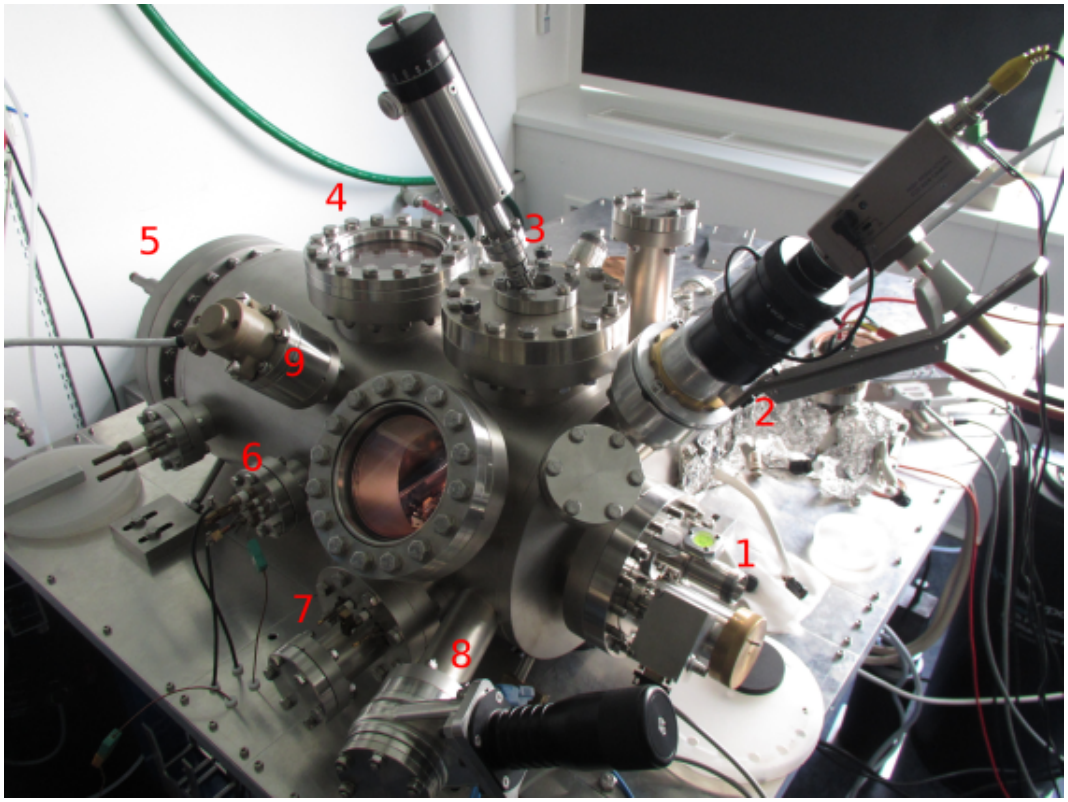
STM dovnitř aparatury bez porušení vakua v hlavní komoře. Je čerpána turbomolekulární výv̌vou s předřazenou spirálovou výv̌vou a ústí do ní zavzdušňovací ventil. Tlak je měřen druhým ionizačním vakuometrem. Přesun vzorků mezi komorami umožňuje lineárně se pohybující manipulátor s úložnými přihrádkami pro vzorky – „vozík“.

Celkový pohled na aparaturu je na obrázku 6.2. V budoucnu bude k aparatuře připojena další přípravná komora a systém difrakce nízkoenergetických elektronů (LEED).

6.2 Příprava vzorků

Experimenty v naší skupině jsou zaměřeny zejména na studium epitaxních struktur kovů na křemíkových površích při malých pokrytích. Depozice kovů probíhá ze směrových vypařovadel, která poskytují dostatečně nízké depoziční rychlosti.

Do systému mohou být umístěna dvě vypařovadla. V současnosti to je vypařovadlo pro hliník, tvořené safírovým kelímkem, a pro cín, které je zhotovené z tantalové trubičky. Obě jsou žhavena wolframovými spirálami. Vypařovadla jsou



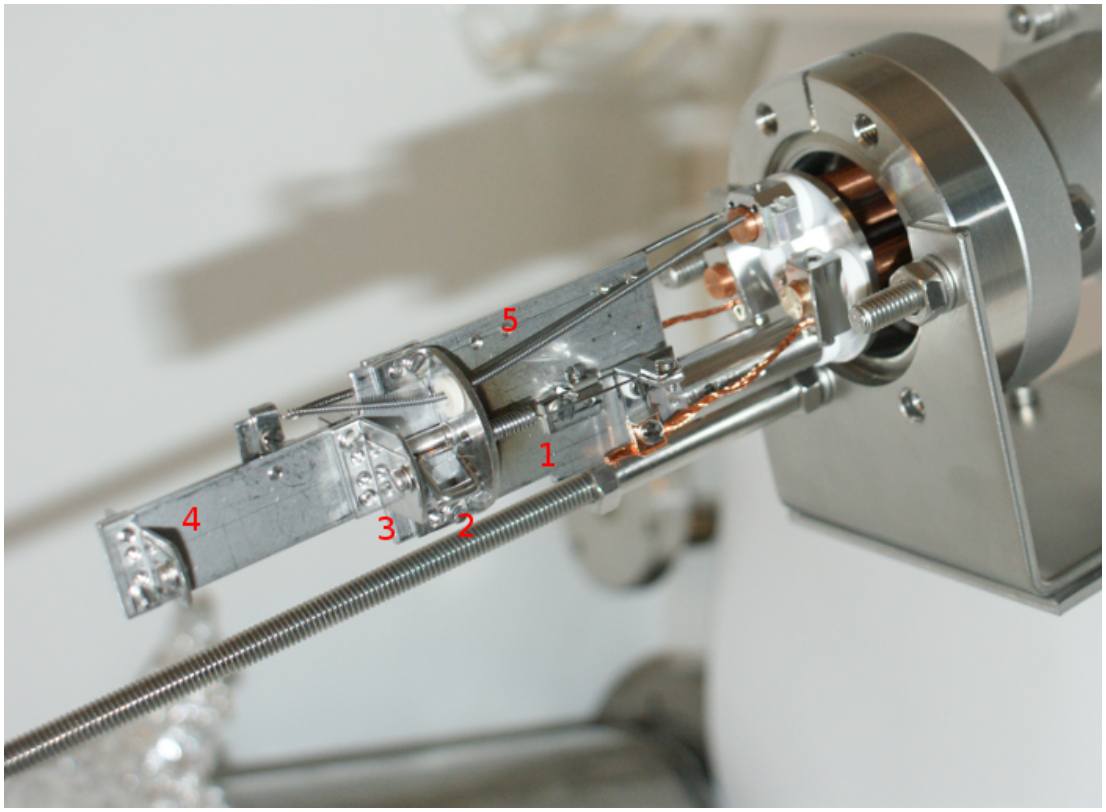
Obrázek 6.2: Nízkoteplotní UHV aparatura. Jednotlivé části jsou označeny číslicemi: 1. STM, 2. průzor mířící na hrot STM s instalovanou CCD kamerou, 3. manipulátor k přenášení vzorků, 4. příruba pro umístění systému LEED, 5. kryopanel, 6. průchodky pro termočlánky, 7. průchodky pro žíhání vzorků a hrotů STM, 8. příruba pro připojení přípravné komory, 9. ionizační vakuoměr.

uzavřena v radiačním štítu, který brání nadměrnému zahřívání okolních částí aparatury.

Vypařovadla jsou fokusována na vzorek umístěný pod hrotem STM, což umožňuje provedení *in-vivo* experimentů. Fokusace je zajištěna dvojicí pevných clon s otvory o průměru 1,2 mm. Ty vymezují svazek atomů, který má v místě dopadu na vzorek průměr 2,5 mm a dopadá pod úhlem 20°. Před první clonou se nachází elektromagneticky ovládaná clona tvořená raménkem z nerezové oceli a niklovým plíškem, která umožňuje uzavřít vypařovadlo. Depozice tak probíhá jen při požadované pracovní teplotě vypařovadla po určenou dobu. Systém ovládání magnetických clon byl vytvořen v rámci diplomové práce a je detailně popsán v příloze 1. Systém vypařovadel je na obrázku 6.3.

Při experimentech vyžadujeme depoziční rychlost řádově $10^{-5} - 10^{-4}$ ML/s. Depoziční rychlost dosud nebyla v aparatuře kalibrována metodou kmitajícího krystalu, protože kvůli nesprávné funkci měřicí jednotky nebyly takto nízké rychlosti měřitelné. Při odhadu hodnot proudu vypařovadly a doby depozice pro dosažení požadované rychlosti a pokrytí vycházíme z hodnot změřených při testech ve zkušební vakuové komoře. Kalibraci depoziční rychlosti bude možné provést na základě odhadu pokrytí z STM snímků.

Vzorky jsou uchyceny na držácích, které lze zachytit manipulátorem s otočnou pinzetou. V aparatuře mohou umístěny do několika pozic – kromě samotné



Obrázek 6.3: Systém vypařovadel. Vypařovadlo (1) zde není skryto v radiačním štítu. Před ústím vypařovadla je otevřená magnetická clona (2), dál dvě fokusační clony (3 a 4). Dlouhá wolframová spirála (5) slouží k odplyňování vypařovadel.

hlavy STM a pozice pro žíhání se v aparatuře nacházejí dva věšáčky pro odložení vzorků a nevyužívané vzorky lze umístit do přihrádek „vozíku“.

6.3 Chladicí systém a měření teploty

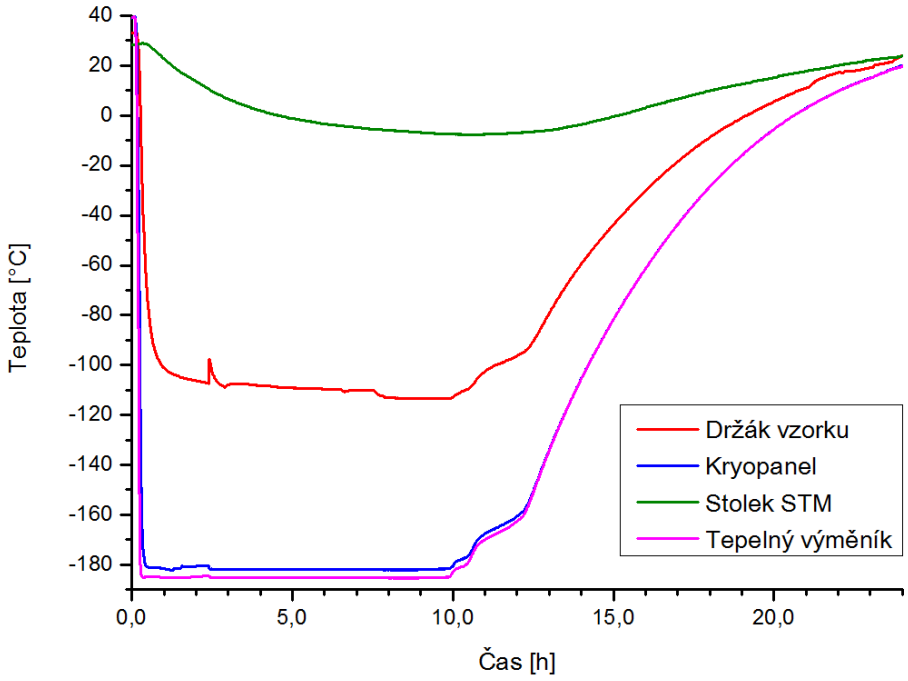
K chlazení vzorku slouží kryopanel plněný kapalným dusíkem, který je umístěn v aparatuře. Jeho objem je přibližně 2 l. Chlazení je vedeno přes tepelný výměník, který je safírovými destičkami elektricky izolovaný od kryopanelu. Výměníku se dotýká odpojitelný měděný svazek spojený s držákem vzorku. Se svazkem lze pohybovat pomocí manipulátoru. Nastavení teploty vzorku lze provést regulací přítlaku na tepelném kontaktu výměníku a svazku nebo radiačním ohřevem svazku topnou spirálou. Ohřev může probíhat souběžně s chlazením a požadované teploty dosáhneme regulací příkonu spirály.

Kryopanel a výměník se prochladí na dusíkovou teplotu přibližně 20 min po začátku chlazení. Bez doplňování dusíku udrží nízkou teplotu 9 hodin. Teplota držáku vzorku klesne pod −100 °C přibližně po hodině a dál se pomalu snižuje k mezní hodnotě dané především kvalitou tepelného kontaktu mezi výměníkem a měděným svazkem. Styk výměníku a svazku je proto zajištěn přítlačným systémem. Bez odčerpávání dusíkových par bylo zatím dosaženo nejnižší teploty vzorku −134 °C. Teplotu je možné dále snížit instalací chlazeného štítu, který zabrání radiačnímu ohřevu měděného svazku od okolních částí aparatury.

Záznam teploty pořízený při STM experimentu je na grafu 6.4. Kryopanel

lze použít jako kryosorpční vývěvu – po jeho naplnění a prochlazení klesá tlak v aparatuře z hodnot přibližně 1×10^{-8} Pa pod 5×10^{-9} Pa.

Teplota v aparatuře je měřena čtyřmi termočlánky typu K (chromel-alumel).



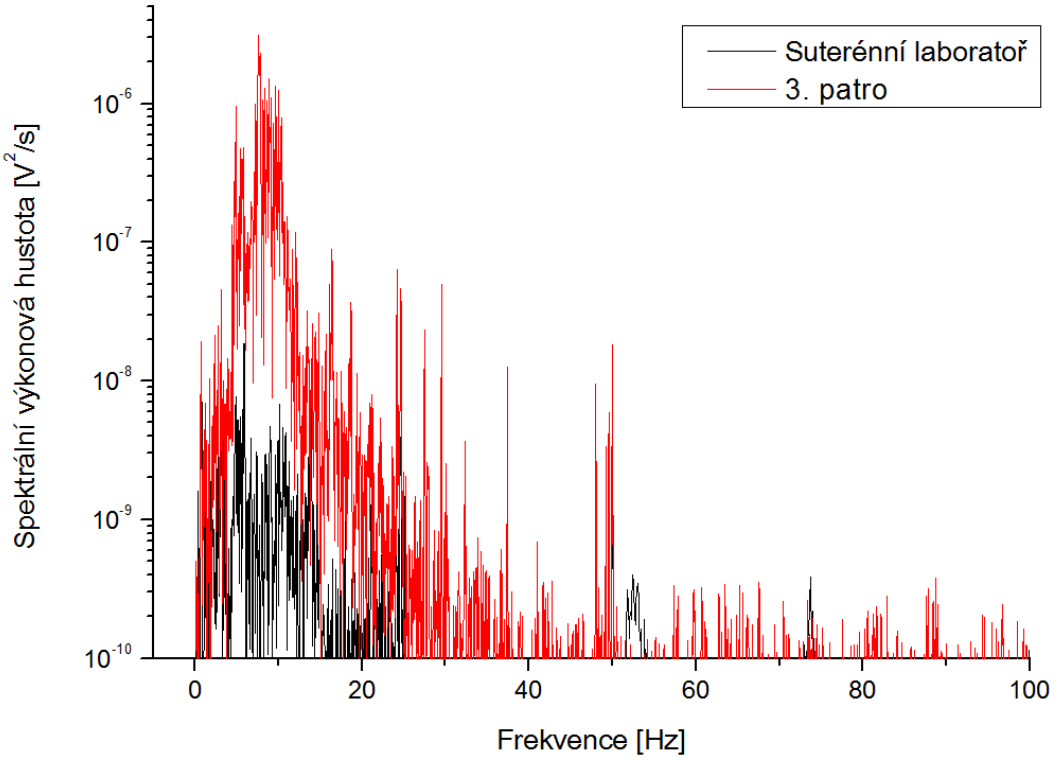
Obrázek 6.4: Průběh chlazení při STM experimentu. Termočlánek na kryopanelu ukazuje vyšší teplotu než na výměníku zřejmě kvůli horšímu tepelnému kontaktu. Prudký nárůst teploty na držáku vzorku nastal při vložení vzorku do držáku. Po oddálení hrotu od vzorku okolo 7. hodiny došlo k dalšímu poklesu teploty vzorku.

Jsou umístěny na kryopanelu, na tepelném výměníku, na držáku vzorku a na STM hlavě. Termočlánky jsou tepelně ukotveny, aby se eliminoval přívod tepla vodiči a měřily správnou teplotu.

6.4 Vibrace prostředí

Měření na nové aparatuře nepříznivě ovlivňuje umístění ve 3. patře budovy, kde se projevují kmity budovy a podlahy laboratoře, podlahou se přenášejí kmity vznikající lidskou činností a v prostředí je mnoho akustických ruchů. Srovnání záznamů ze seismografu v laboratoři ve 3. patře a v suterénní laboratoři, kde byla umístěna starší aparatura, je na grafu 6.5. Suterénní laboratoř na základové betonové desce budovy můžeme považovat za téměř „ideální“ prostředí dostupné v trojském areálu fakulty – kmity budovy se neprojevují, v okolí se nepohybují další lidé a prostředí je celkově tišší a klidnější. Z grafů je patrné, že výkon přenášený vibracemi ve 3. patře je o více než dva řády vyšší než v suterénu. Vysoké frekvence byly při měření utlumeny použitím dolnofrekvenční propusti, v grafech výrazné jsou nízké frekvence, které se v STM obtížně tlumí.

Pro potlačení nízkofrekvenčních kmitů byla celá aparatura přemístěna do rohu místnosti k nosnému sloupu, kde je jejich podíl menší, a postavena na pneumatické stabilizátory Newport I-2000 Series s rezonanční frekvencí 1 Hz. Rušení je při



Obrázek 6.5: Vibrace prostředí – srovnání záznamů ze suterénu a 3. patra v logaritmické škále. Stupnice na svislé ose slouží k relativnímu srovnání elektromagnetické odezvy cívkového senzoru seismografu na mechanické kmity prostředí. Byla použita dolnofrekvenční propust s mezní frekvencí 19 Hz, vzorkovací frekvence 200 Hz, ze spektra byla odstraněna stejnosměrná složka. Výkon vibrací ve 3. patře je o více než dva řády vyšší než v suterénu.

STM experimentu stále patrné, ale je utlumeno natolik, že je možné dosáhnout atomárního rozlišení.

7. Uvedení nové aparatury do provozu

Zprovoznění nízkoteplotního STM se stalo důležitým úkolem experimentální části diplomové práce. Kvůli problému s fokusací vypařovadla pro hliník se nezdařila depozice hliníku při nízké teplotě, ale aparaturu se podařilo úspěšně otestovat a zjistit vlastnosti zcela nového STM systému, v dosud neznámých podmínkách připravit povrch Si(100) vhodný pro měření a zobrazit jeho nízkoteplotní rekonstrukci a cínové struktury na Si(100) při teplotě přibližně $-110\,^{\circ}\mathrm{C}$. Nalezení správného postupu přípravy rekonstruovaného povrchu Si(100) s minimální koncentrací defektů a dosažení atomárního rozlišení s novým měřicím systémem v relativně nepříznivých podmínkách tvoří jedny z nejdůležitějších závěrů této práce.

7.1 Odplyňování aparatury

Pro dosažení UHV podmínek byla aparatura odplyněna vypékáním na teplotu $120\,^{\circ}\mathrm{C}$ po dobu 80 hodin. Aparatura byla uzavřena do pece se čtyřmi radiátory o celkovém příkonu 4 kW. Udržení teploty v aparatuře na stálé hodnotě je kritické, protože při překročení teploty $150\,^{\circ}\mathrm{C}$ by došlo k depolarizaci piezoelektrických keramik v STM a zničení skenovacích prvků. K regulaci teploty slouží PID regulátor a počítačový program, který by vypnul proud do radiátorů v případě, že by došlo k překročení nejvyšší povolené teploty. V rámci diplomové práce byl vytvořen nový program pro řízení vypékání, který byl dvakrát úspěšně použit při vypékání starší UHV aparatury, ale na novém zařízení zatím ne. Program je popsán v příloze 2.

Samostatně byly vypékány části aparatury, u kterých jsme předpokládali pomalý ohřev – kryopanel pomocí topných spirál ve vakuové komoře a iontově sorpční vývěva a příruba s vypařovadly pomocí topných pásů.

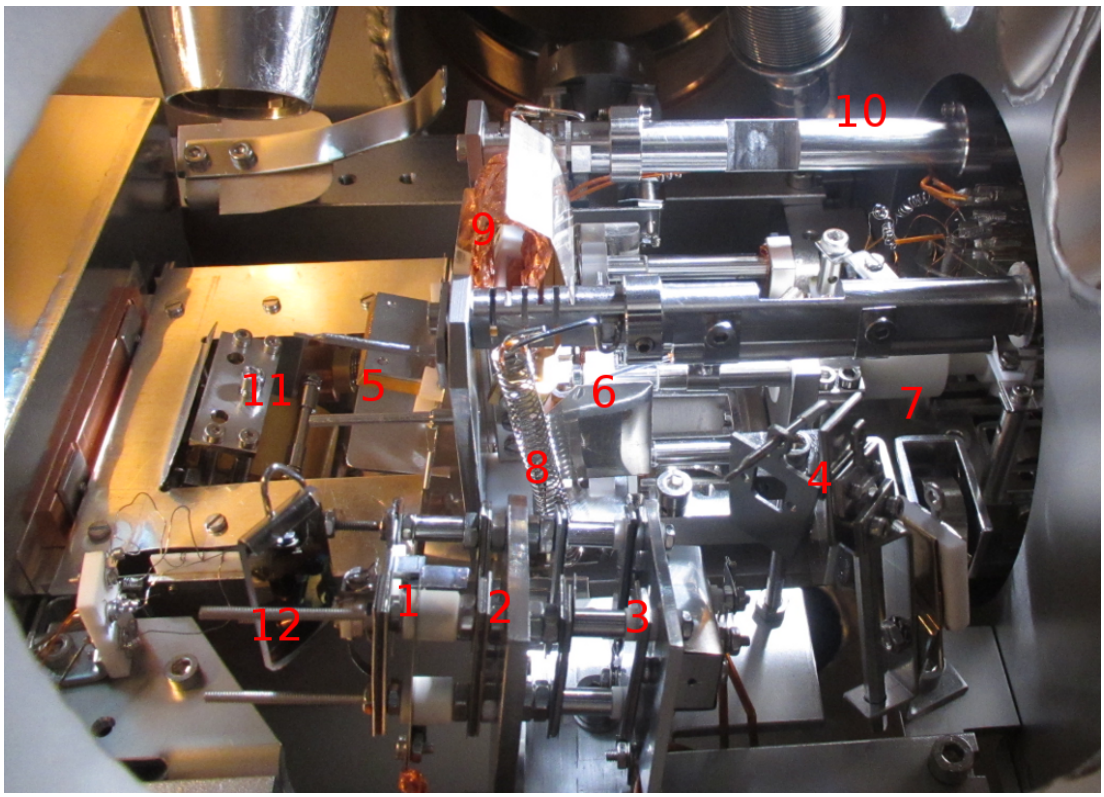
Po konci vypékání a vychladnutí aparatury poklesl tlak v hlavní komoře z původních $4,5 \times 10^{-6}\,\mathrm{Pa}$ na $1,2 \times 10^{-7}\,\mathrm{Pa}$. Po dalším týdnu čerpání iontově sorpční a titanovou sublimační vývěvou se hodnota tlaku držela blízko $1,7 \times 10^{-8}\,\mathrm{Pa}$. Po oddělení přechodové komory deskovým ventilem poklesl tlak v hlavní komoře až na $9 \times 10^{-9}\,\mathrm{Pa}$, ale dalšího snížení tlaku bylo zatím dosaženo pouze při naplnění kryopanelu kapalným dusíkem a jeho použití jako kryosorpční vývěvy.

7.2 Servisní systémy

Fotografie 7.1 zachycuje vnitřek vakuové komory. Mimo jiné je na ní zvýrazněna řada pozic, do kterých mohou být umístěny držáky se vzorky nebo náhradními hroty pro STM. K přesunu vzorků se používá manipulátor s otočnou pinzetou, která zachytí výstupek na horní části držáku. Protože před každým experimentem musí být vzorky zbaveny adsorbátu a nečistot žíháním, které se provádí v žíhací poloze, je správná funkce manipulátoru zásadní pro provoz celé aparatury. Při přípravách povrchu Si(100) a STM měřeních se prokázalo, že manipulátorem lze

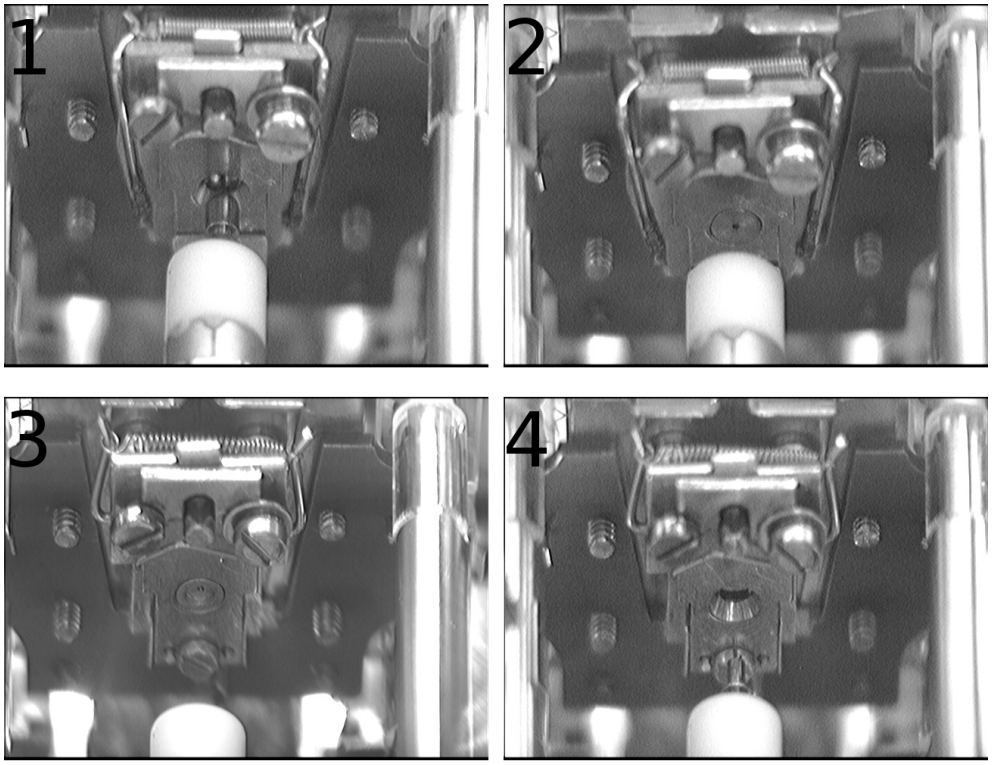
umístit vzorky do polohy v STM, do žíhací polohy i na odkladní pozice. Lze s ním upravit polohu hrotu na skenovacích prvcích STM, pokud by se například ukázalo, že hrot míří mimo vzorek, a lze manipulovat s měděným svazkem chladicího systému a vytvořit dostatečně kvalitní tepelný kontakt pro ochlazení vzorku v STM.

Dále byl úspěšně otestován ohřev vzorku v žíhací poloze a žíhání hrotu STM.



Obrázek 7.1: Pohled do vakuové komory. 1. žíhací poloha vzorku (obsazená), 2. odkládací poloha pro vzorek, 3. žíhací poloha hrotu STM, 4. odkládací věšáček pro vzorky, 5. odkládací věšáček pro vzorky, 6. poloha vzorku v STM, 7. *Inchworm*, 8. tlumicí pružina závěsu STM, 9. měděný svazek chladicího systému, 10. manipulátor, 11. kontakt tepelného výměníku, 12. zrcátko odrážející vzorek v žíhací poloze (pro odhad teploty při žíhání).

Díky sérii nehod – ztupení hrotu STM při měření a především ztrátě platinového krystalu, na kterém lze hrot vylepšovat, při přesunu manipulátorem – a z ní plynoucí nestabilitě a špatnému rozlišení hrotu jsme měli možnost vyzkoušet výměnu hrotů STM. Hrot, který byl do mikroskopu vložen před uzavřením aparatury, jsme vyměnili za záložní, na kterém bylo testováno žíhání. U hrotu žíháním zbaveného nečistot se dají očekávat lepší vlastnosti. Hrot samotný je umístěn v kapsli, která je magneticky přichycena na STM. Nevyužité kapsle s hroty se nacházejí v držácích, které lze přenášet manipulátorem a při výměně vsunout do polohy vzorku v STM. Kapsle je v držáku mechanicky uzamčena dvojicí přítlačných ramének, která se uvolní, pokud na držák zatlačí čelo mikroskopu, a kapsle se k němu přichytí. Při vkládání do držáku je kapsle vsunována do otvoru držáku, dokud ji raménka pevně nesevřou, mikroskop je pak *Inchwormem* odtažen zpět a kapsle zůstane uvnitř. Proces výměny je zachycen na sérii snímků z CCD kamery upevněné na aparatuře 7.2.



Obrázek 7.2: Výměna hrotu STM. 1. Mikroskop zasunuje kapsli se starým hrotem do držáku. 2. Kapsle uchycena v držáku. 3. Držák s novým hrotem vložen do STM. 4. Mikroskop odjíždí s kapslí s novým hrotem.

7.3 Příprava povrchu Si(100)

Pro experimenty, které chceme na nové aparatuře provádět, potřebujeme mít k dispozici vhodný povrch Si(100). Vhodným se rozumí povrch s nízkou koncentrací defektů – zejména se na něm nesmí vyskytovat řádky chybějících dimerů a výskyt C defektů by měl být zanedbatelný. Dále potřebujeme atomární terasy o šířce alespoň desítek nm, protože přítomnost schodů může ovlivňovat růst kovových struktur. Tyto vlastnosti povrch nemá automaticky a bylo potřeba najít vhodný postup, kterým je v nové aparatuře získáme.

Křemíkové vzorky byly zhotoveny z waferů typu n dopovaných Sb s měrným odporem menším než $0,014\,\Omega\mathrm{m}$. Wafery jsou dodávány s ochrannou oxidovou vrstvou a pro vytvoření atomárně hladkého povrchu je potřeba vzorky odplynit ohřevem a následně prudkým žíhnutím zbavit oxidové vrstvy. Žíhání probíhá průchodem elektrického proudu vzorkem. Klíčovým faktorem je tlak, ve kterém dochází k žíhání, a pro udržení dostatečně nízkého tlaku musí být odplyněn i držák vzorku.

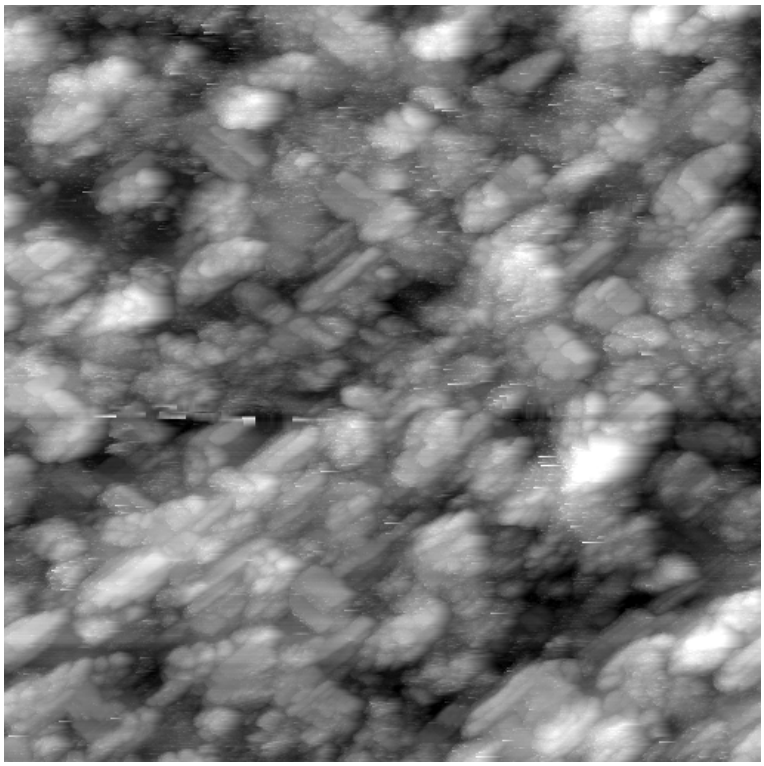
K dispozici jsme měli tři křemíkové vzorky označené čísly 2, 3 a 4. Postupy žíhání, které jsme prováděli, a jejich výsledky popíšu tak, jak šly za sebou chronologicky.

7.3.1 Vzorek č. 4

Vzorek byl po dobu 18 h odplyňován průchodem proudu při příkonu 1 W a poté jsme přistoupili k jeho žíhání. Počáteční tlak byl $2,7 \times 10^{-8}\,\mathrm{Pa}$. Žíhali jsme

nejprve proudem 3 A (odpovídající příkon 15 W), ale tlak rychle stoupal do řádu 10^{-7} Pa a pro dosažení delší doby žíhání bylo potřeba proud snížit na 2 A (příkon 12 W). Ani po mnohonásobném žíhání se nedařilo udržet tlak při žíhání v řádu 10^{-8} Pa. Zřejmě nebyl dostatečně odplyněný držák vzorku, proto jsme pokračovali v odplyňování při příkonu 1 W a poté 1,8 W, aby se tlak udržel v řádu 10^{-8} Pa. Po odplynění jsme mohli vzorek žíhat průchodem proudu 2,6 A (příkon 14 W) po dobu 8 s.

Vzorek byl umístěn do STM, abychom zjistili, jak vypadá povrch. Typický



Obrázek 7.3: STM snímek vzorku č. 4. Napětí na vzorku 2 V, tunelový proud 0,3 nA, oblast 300 × 300 nm. Úplná stupnice šedi odpovídá výškovému rozdílu 35 nm.

snímek je na obrázku 7.3. Povrch byl značně hrubý (úplná škála šedi odpovídá výškovému rozdílu 35 nm) a atomární terasy se na něm nevyskytovaly. Na snímku je patrná přítomnost vzájemně kolmých podlouhlých útvarů, což by snad mohly „zárodky“ teras, ale jejich snímky při větším zvětšení odhalily, že nejde o hladký povrch, ale o „boule“ s nespecifikovatelným uspořádáním. Další žíhání vzhled povrchu nezměnilo, a proto jsme začali upravovat další vzorek.

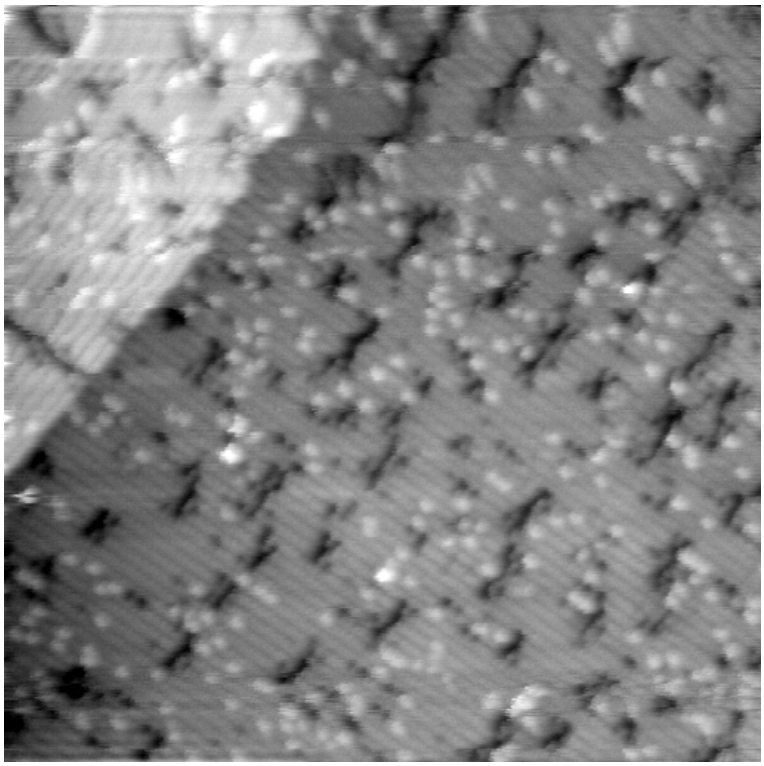
Při odplyňování a žíhání vzorku č. 4 byl zřejmě zvolen špatný postup. Vzorek a držák nebyly dostatečně odplyněny před prvním žíhnutím. To znemožnilo žíhání větším proudem než 2 a posléze 2,5 A a při těchto hodnotách proudu byla oxidová vrstva pravděpodobně odstraněna jen z části. Zároveň už ale nechránila povrch křemíku a při dalším odplyňování došlo k jeho zhrubnutí. Na nechráněném povrchu se mohlo negativně podepsat i odplyňování vypařovadel, které probíhalo až po prvním žíhání a při němž se uvolňuje adsorbát neznámého složení. V tuto chvíli nevíme, jestli je zhrubnutí povrchu nevratné, nebo jestli je možné žíháním na vyšší teploty vlastnosti povrchu vylepšit.

7.3.2 Vzorek č. 3

Po zkušenostech se vzorek č. 4 jsme se rozhodli nový vzorek nejdřív důkladně odplynit. Základní tlak v aparatuře byl $1,7 \times 10^{-8}$ Pa a při odplyňování jsme se snažili udržet co nejlepší tlak. Bylo to snazší než v předchozím případě, protože držák vzorku byl zdrojem menšího proudu plynu. Ohřev probíhal průchodem proudu při příkonu 2,1 W po dobu 24 hodin, poté byl příkon zvýšen na 2,5 W po dobu dalších 22 hodin.

Po odplynění bylo možné vzorek žíhat průchodem proudu 4,3 A (příkon 14,6 W, teplota přes 1000 °C) při udržení tlaku v řádu 10^{-8} Pa po dobu 12 s. Při prvním STM měření se podařilo nalézt terasy a zobrazit křemíkové řádky, ale bylo zřejmé, že se na nich vyskytuje množství defektů a objekty, které se jevily jako světlé body v zobrazení prázdných i plných stavů a mohlo by se jednat o křemíkové dimery, které se po žíhnutí nestihly připojit k hranám teras. STM snímek takového povrchu je na obrázku 7.4.

Pokračovali jsme mnohonásobným žíháním proudem 4,1 A (příkon 13,1 W)



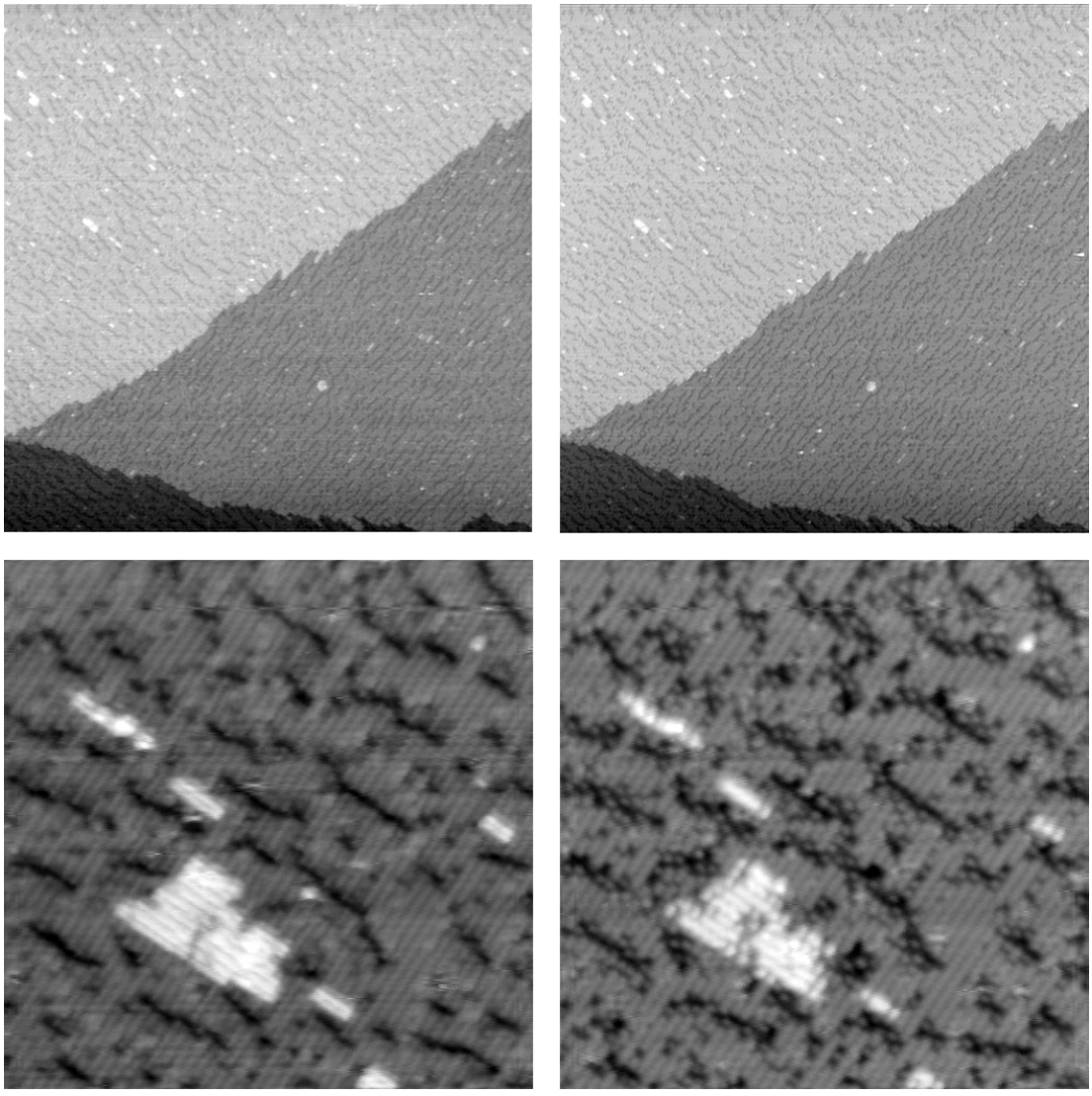
Obrázek 7.4: STM snímek vzorku č. 3. Napětí na vzorku 2 V, tunelový proud 0,5 nA, oblast 50×50 nm. Na snímku dobře patrné řádky defektů tvořené vakancemi a split-off dimery a světlé objekty, což by mohly být křemíkové dimery.

po dobu 15 s a několikrát po dobu 5 s v opačné polaritě[1]. Tento postup ale nevedl k žádné změně a zlepšení povrchu jsme dosáhli až při použití proudu 5,2 A (příkon 15,6 W) a opakovaném žíhání po dobu 15 s. Tlak při žíhání byl nižší než 7×10^{-8} Pa. Podařilo se nám vytvořit povrch s terasami o šířce několika set nm a podstatně snížit koncentraci světlých objektů. Namísto nich se na terasách

[1] Ze zkušeností s přípravou vzorků na starší aparatuře víme, že při žíhání průchodem proudu dochází k elektromigraci atomů a žíhání pouze v jedné polaritě vede ke vzniku krátkých teras.

vyskytovaly zárodky nové vrstvy v podobě řetízků kolmých na dimerové řádky a někdy celých ostrůvků. Stále však byly hustě přítomny řádky chybějících dimerů. Tyto řádky pravděpodobně zpomalují (nebo v jedno směru znemožňují) povrchovou migraci křemíkových atomů a ty, místo připojení se k existujícím terasám, nukleují v nové vrstvě. Díky těmto poznatkům se podařilo vysvětlit přítomnost zvláštních částí řetízků v jednom z STM experimentů provedených na starší aparatuře (viz sekce 8.1). Terasy pokryté řádky chybějících dimerů a detail křemíkového ostrůvku jsou na obrázku 7.5.

Domnívali jsme se, že přítomnost defektů může být způsobena nečistotami

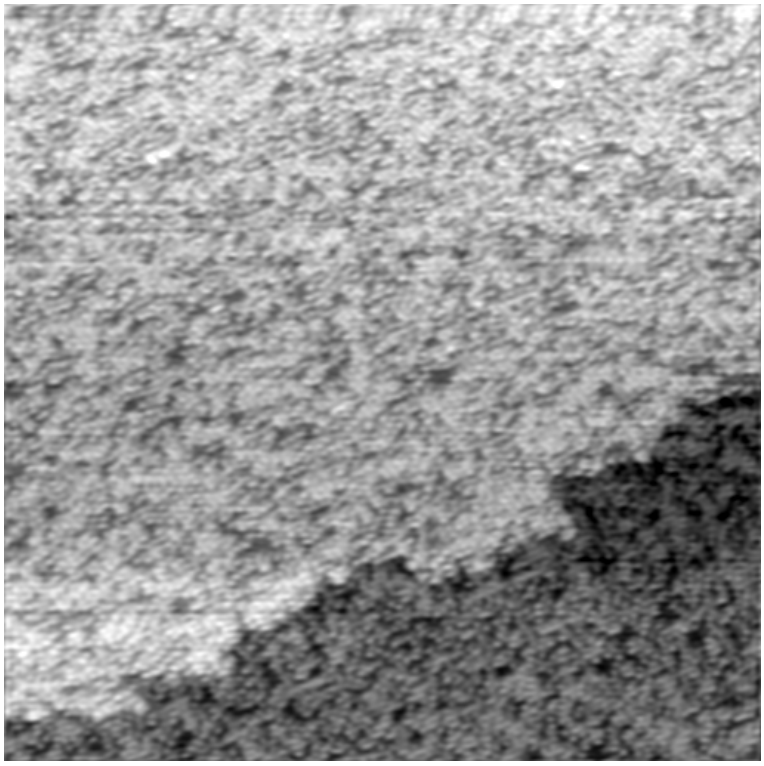


Obrázek 7.5: STM snímek vzorku č. 3 po dalším žíhání. Nahoře snímek velkých teras s patrnými tmavými řádky defektů (200×200 nm). Dole detail křemíkového ostrůvku na terase (30×30 nm). Napětí na vzorku ± 2 V, tunelový proud 0,4 nA, vlevo zobrazení prázdných stavů, vpravo plných. Vakance a split-off dimery jsou přítomny i v nově vznikající vrstvě.

ve vzorku, proto jsme přistoupili k dalšímu odplyňování. Vzorek byl odplyňován nejdřív proudem 0,7 A (příkon 3,3 W) po 17 h, během dalších tří hodin byl proud zvýšen až na 1 A (příkon 4,3 W a teplota přibližně 1000 °C), přičemž tlak se celou dobu udržel pod 3×10^{-8} Pa. V literatuře [46] je uvedeno, že řádky chybějících

dimerů mohou vzniknout při rychlém ochlazení po žíhání, vzorek jsme proto žíhli proudem 5,6 A (příkon 16,2 W) po dobu 7 s, proud pak byl skokově snížen na 1,2 A a klesal do nuly rychlostí 0,1 A/min. Pomalé chladnutí přineslo změnu, ale nedá se říct, že k lepšímu. Řádky chybějících dimerů se rozpadly a povrch byl neuspořádaně pokryt velkým množstvím vakancí a split-off dimerů. Snímek tohoto povrchu je na obrázku 7.6.

Ukázalo se, že tato změna je vratná a po opakovaném žíhání proudem 5,6 A



Obrázek 7.6: STM snímek vzorku č. 3 po žíhání s pomalým chladnutím. Napětí na vzorku 2 V, tunelový proud 0,3 nA, oblast 50×50 nm. Povrch je neuspořádaně pokryt defekty.

v obou polaritách v tlaku menším než 5×10^{-8} Pa došlo opět k vytoření řádků chybějících dimerů. Ty se nepodařilo odstranit ani po zvýšení žíhacího proudu na 5,8 A.

Vzorek se v držáku pravděpodobně kvůli dlouhodobému ohřevu na 1000 °C uvolnil a při manipulacích se stále víc nakláněl a posléze způsobil zkrat kontaktů, takže další žíhání nebylo možné. Trvalým problémem se stala přítomnost uspořádaných defektů na povrchu. Zdá se, že pokud se jednou vytvoří, zbavit se jich je extrémně obtížné. Nemůžu zhodnotit, jestli je řešením další zvyšování žíhacího proudu, ale prostor pro něj už nebyl příliš veliký, protože křemík taje při teplotě 1413 °C.

7.3.3 Vzorek č. 2

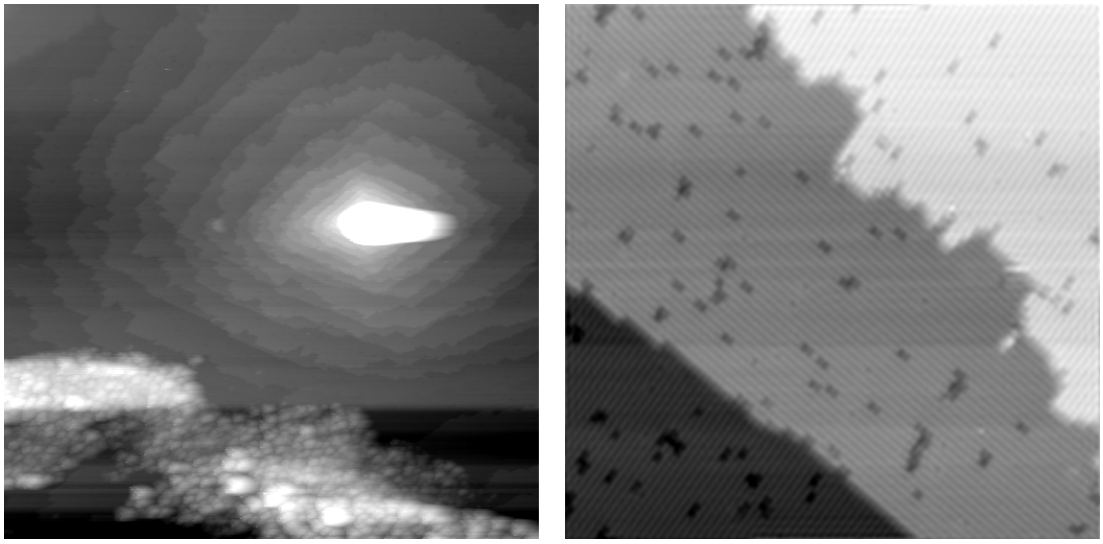
Při přípravě posledního vzorku jsme vzali do úvahy článek K. Haty o přípravě povrchu Si(100) bez defektů [72], ve kterém se klade důraz na udržení tlaku v řádu 10^{-9} Pa při žíhání.

Vzorek byl odplyňován 38 hodin a proud vzorkem byl postupně zvyšován z počáteční hodnoty 0,4 A (příkon 1,6 W) až na 0,7 A (příkon 3,4 W). Na této finální hodnotě byl proud držen téměř 24 hodin, přičemž tlak nepřekročil 3×10^{-8} Pa. Při proudu 0,7 A vzorek slabě žhnul a jeho teplotu jsme odhadli na přibližně 600 °C, což je bezpečná hodnota, při které nedochází k porušení oxidové vrstvy.

Všechna žíhání tohoto vzorku probíhala s vychlazeným kryopanelem, aby bylo možné udržet požadovaný tlak. Vzorek byl mnohonásobně (přibližně 20×) žíhán proudem 4,5 A (příkon 15 W) po dobu 7 s v obou polaritách. Tlak zůstával pod 5×10^{-9} Pa. Po první sérii žíhání byl vzorek umístěn do STM a bylo provedeno první měření.

Na povrchu se nacházely oblasti, ze kterých ještě nezmizel oxid, ale vedle nich existovaly terasy o šířce desítek nm, na kterých byla koncentrace defektů malá a řádky chybějících dimerů se téměř nevyskytovaly. Na povrchu byly nalezeny zajímavé objekty – „pyramidy“ tvořené schodištěm atomárních teras, na jejichž vrcholku se nacházel zbytek oxidu, který pravděpodobně pyramidu fixoval. Dva snímky z měření jsou na obrázku 7.7.

Vzorek byl dále opakovaně žíhán stejným proudem, přičemž dobu žíhání jsme

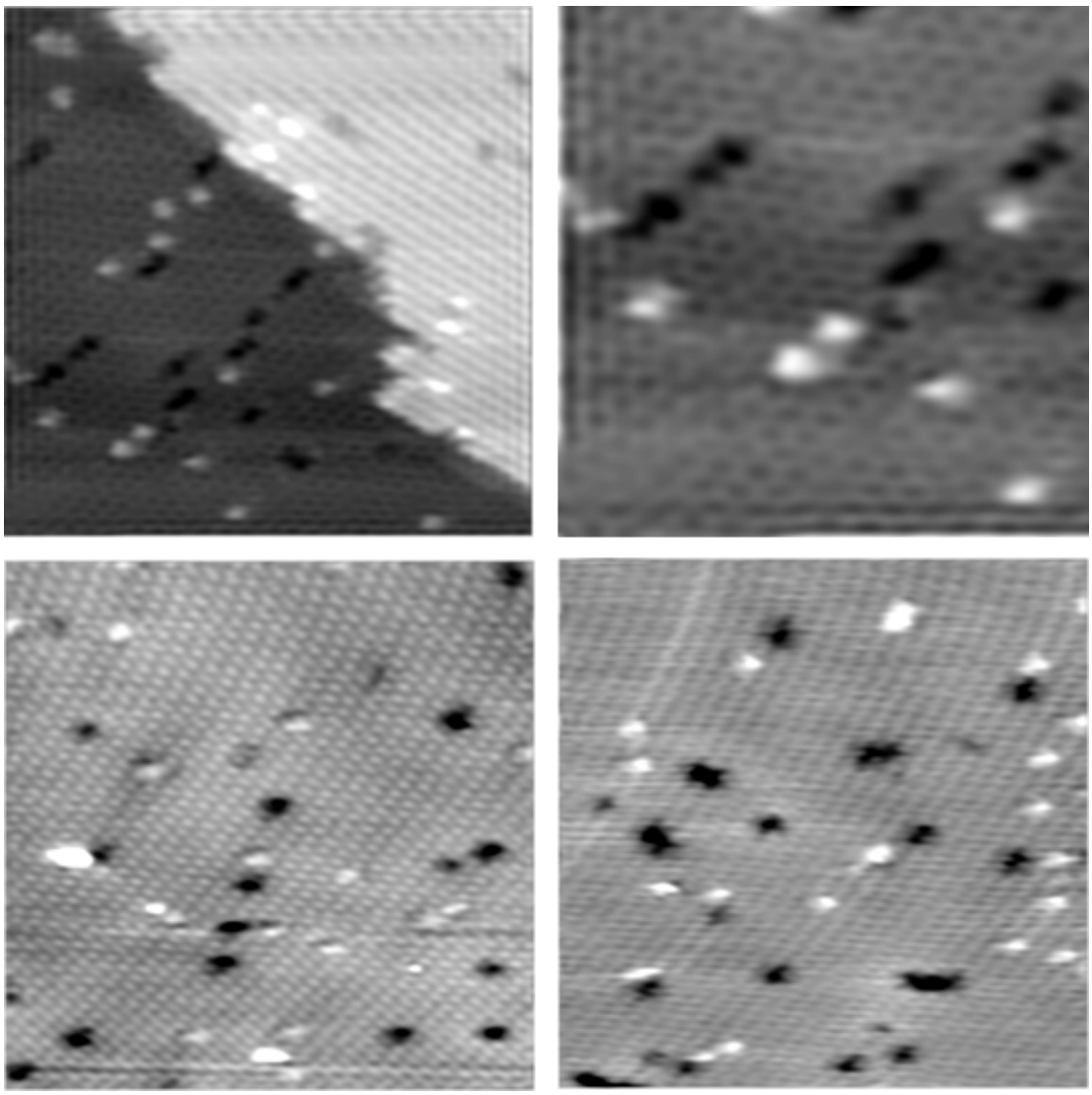


Obrázek 7.7: STM snímky z prvního měření vzorku č. 2. Vlevo: „pyramida“ se zbytkem oxidu na vrcholku, dole zřejmě také neodstraněná část oxidové vrstvy, napětí na vzorku 2 V, proud 0,3 nA, oblast 150×150 nm. Vpravo: atomární terasa s malou koncentrací defektů, napětí na vzorku -2 V, proud 0,3 nA, oblast 50×50 nm.

proudloužili až na 20 s a tlak udrželi v řádu 10^{-9} Pa. Naším dalším cílem bylo zobrazení nízkoteplotní rekonstrukce povrchu Si(100). Tento úkol je obtížný, protože rozdílné prochlazování různých částí aparatury vede k velkému a proměnlivému teplotnímu driftu. Po výměně nestabilního hrotu za nový se to ale podařilo.

Ukázalo se, že s kvalitním hrotem je teplotní drift nejdůležitější faktor, který určuje rozlišení snímků. Přibližně po 7 hodinách od začátku chlazení se zpomalil natolik, že ho bylo možné ručně kompenzovat. Kompenzaci lze provést skenováním stále stejného řádku, přičemž se upravuje hodnota kompenzace driftu v souřadnici x tak, aby objekty v řádku zůstávaly na svém místě. Poté se STM přepne do módu skenování sloupců, spustí se skenování jednoho sloupce a stejným způso-

bem se upraví kompenzace driftu v souřadnici y. Opakovanými iteracemi lze drift velmi dobře kompenzovat, ale občas je třeba se přesvědčit, že se drift nezměnil, a případně provést proceduru znovu. Vzhledem k umístění aparatury v prostředí s mechanickým rušením (lidská činnost, kmity podlahy) bylo potřeba zajistit, aby se nerozkmitávala zpětná vazba. Toho lze dosáhnout snížením integračního koeficientu vazby a/nebo snížením tunelového proudu. Při menší hodnotě proudu



Obrázek 7.8: STM snímky vzorku č. 2 při teplotě $-110\,°\mathrm{C}$. Vlevo nahoře: dobře patrná rekonstrukce $c(4 \times 2)$, napětí na vzorku 1,5 V, proud 0,3 nA, oblast $20 \times 20\,\mathrm{nm}$. „Vlnky“ po stranách snímku jsou artefakty po filtraci šumu Fourierovou transformací. Vpravo nahoře: detail rekonstrukce $c(4 \times 2)$ ($10 \times 10\,\mathrm{nm}$). Vlevo dole: oblast $20 \times 20\,\mathrm{nm}$, napětí na vzorku 2 V, proud 0,1 nA. Patrné jsou objekty připomínající křemíkové dimery, klikaté linie typické pro rekonstrukci $c(4 \times 2)$ nejsou viditelné. Vpravo dole: oblast $20 \times 20\,\mathrm{nm}$, napětí na vzorku 1,6 V, proud 0,1 nA. Izolované objekty nejsou tak dobře rozlišené a slévají se v řádky s náznakem klikatých linií. „Prohnutí“ křemíkových řádků na obou spodních obrázcích vzniká deformací obrazu vlivem creepu piezoelektrických keramik.

se ale hrot pohybuje dál od vzorku a může mít horší rozlišení. Přiblížit hrot zpět

k povrchu je možné snížením napětí mezi hrotem a vzorkem. Rozlišení lze podstatně vylepšit změnou rozsahů napětí na skenovacích prvcích STM na hodnoty nejvyšší možné citlivosti.

Teplota vzorku při měření byla $-110\,^{\circ}\mathrm{C}$ a na povrchu byla pozorována rekonstrukce $c(4 \times 2)$. Při napětí 2 V na vzorku se povrch jevil jako uspořádané pole drobných protáhlých objektů a místy připomínal povrch Si(100)2×1 se zobrazenými jednotlivými dimery. Nicméně není důvod předpokládat, že by při nízké teplotě měly na povrchu existovat oblasti s probíhajícím flip-flop pohybem a navíc by zobrazení dimerů bylo v našich podmínkách značně překvapující, proto se spíše domnívám, že jde o efekt vícenásobného hrotu. Snímky z měření jsou na obrázku 7.8.

I po dalších opakovaných žíháních se na povrchu vzorku č. 2 stále nacházejí oblasti, kde se terasy nevytvořily. Existující terasy jsou široké od desítek po stovky nm a koncentrace defektů na nich je malá, jsou tedy vhodné pro naše experimenty. Prokázalo se, že i v nepříznivém rušném prostředí je možné dosáhnout atomárního rozlišení a že lze kompenzovat drift při chladnutí vzorku.

7.4 Testy vypařovadel

Do aparatury byla umístěna vypařovadla s hliníkem a cínem. Pro jejich správnou funkci musí být vypařovadla odplyněna, aby na vzorek dopadal pouze čistý kov, a fokusována na vzorek. Vypařovadla jsou nová a depoziční rychlost dosud nebyla kalibrována.

7.4.1 Hliník

Vypařovadlo pro hliník bylo důkladně odplyňováno nejprve pomocí topné spirály na přírubě s vypařovadly a poté přímo žhavením vypařovadla. Při depozici kovu při STM experimentu chceme udržet tlak v řádu 10^{-8} Pa po dobu několika minut při žhavení vypařovadla. Vypařovadlo žlutě svítí při proudu 6,5 A (příkon 14,3 W) a odpovídající teplota by měla stačit pro odpařování hliníku, při odplyňování musíme dosáhnout alespoň této hodnoty.

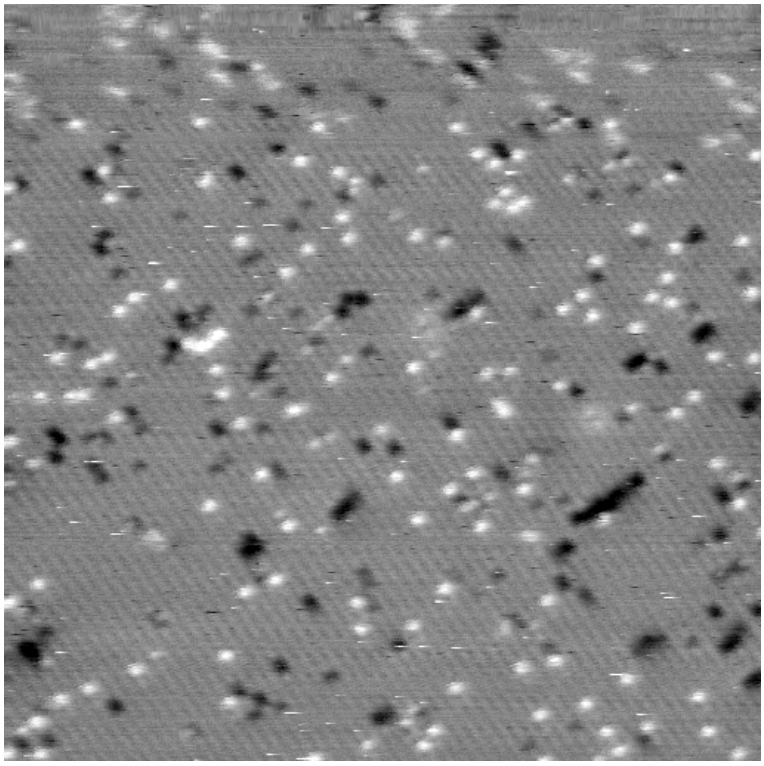
Na odplyňování vypařovadla nejsou kladeny žádné zvláštní nároky – pouze je nutné proud zvyšovat postupně, aby se tlak udržel v řádu 10^{-7} Pa a stěny aparatury se nepokryly adsorbátem. Je vhodné odplyňovat přerušovaně vždy po dobu přibližně deseti minut, nechat vypařovadlo zchladnout a potom pokračovat s větším proudem. Pokud vypařovadlo už svítí, mělo by odplyňování trvat jen několik minut, aby nedocházelo ke zbytečnému odpařování kovu. Byla otestována funkce magnetických clon. Ukázalo se, že fungují správně a umožňují ochránit vzorek v STM před dopadem nečistot při odplyňování vypařovadla a při jeho rozehřívání na začátku depozice.

Hliníkové vypařovadlo bylo odplyněno zvyšujícím se proudem až k hodnotě 7 A (příkon 17,9 W), ale při této hodnotě v něm po chvíli došlo ke zkratu. Jeho příčinu zatím neznáme, může jít o pohyb vypařovadla nebo žhavicí spirály při vysoké teplotě, nebo o únik hliníku z vypařovadla. Po vychladnutí a při použití nižších proudů ke zkratu nedocházelo.

Hliník byl deponován při proudu vypařovadlem 6,8 A (příkon 15,6 W) po dobu 5 s (dobu depozice jsme zvolili na základě předchozího experimentu s cínem, který

je popsán níže) na vzorek č. 2 při pokojové teplotě. Na STM snímcích byly pozorovány světlé objekty v zobrazení prázdných stavů, které se podobaly hliníkovým dimerům, ale nevytvářely řetízky. Snímek s těmito objekty je na obrázku 7.9.

Pro ověření povahy těchto objektů jsme deponovali hliník dalších 10 s se stej-



Obrázek 7.9: STM snímek vzorku č. 2 po depozici Al po dobu 5 s. Napětí na vzorku 2 V, proud 0,3 nA, oblast 50×50 nm. Světlé objekty připomínají hliníkové dimery.

ným proudem. Na povrchu ale nedošlo ke změně, koncentrace světlých objektů se nezvýšila a nebyl nalezen žádný řetízek. Domnívám se proto, že nejde o hliník, ale pravděpodobně o kontaminaci z hrotu STM nebo o adsorbát vytvořený během depozice rozžhavenými částmi vypařovadla.

Výsledek testu vypařovadla pro hliník je negativní – na povrchu nebyl žádný hliník pozorován. Vypařovadlo je nejspíš nedostatečně fokusováno a při rozžhavení nemíří na vzorek. Při otevření aparatury bude potřeba ho upravit a také zjistit příčinu zkratu.

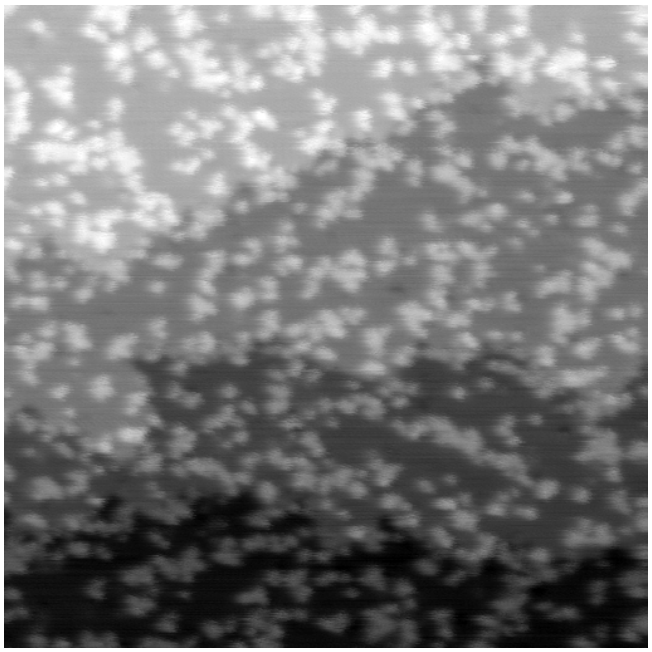
7.4.2 Cín

Před první depozicí cínu se podařilo zprovoznit měření tloušťky vrstvy pomocí kmitajícího krystalu, který je možné vložit do polohy vzorku v STM. Získali jsme tak odhad potřebného proudu pro depozici a otestovali, že bude možné depoziční rychlost vypařovadla touto metodou okalibrovat.

Vypařovadlo pro cín bylo odplyněno podobným způsobem jako v předchozím případě až na hodnotu proudu 7,5 A (příkon 25 W). Při prvním experimentu byl cín deponován při proudu 7 A (příkon 20,3 W) po 30 s na vzorek č. 2 ochlazený na teplotu −110 °C. Po ustálení driftu a jeho kompenzaci se podařilo zobrazit

struktury na povrchu, ačkoliv nebyla viditelná rekonstrukce křemíkového povrchu. Povrch byl pokrytý velkým množstvím adsorbátu – bez zobrazení rekonstrukce nelze pokrytí určit, ale můj hrubý odhad je 0,1 ML, což by znamenalo depoziční rychlost 3×10^{-3} ML/s. Cín na povrchu vytvořil dendritické shluky atomů (resp. dimerů), které jsou viditelné na obrázku 7.10.

Morfologie cínové vrstvy se značně liší od řetízků pozorovaných při pokojové

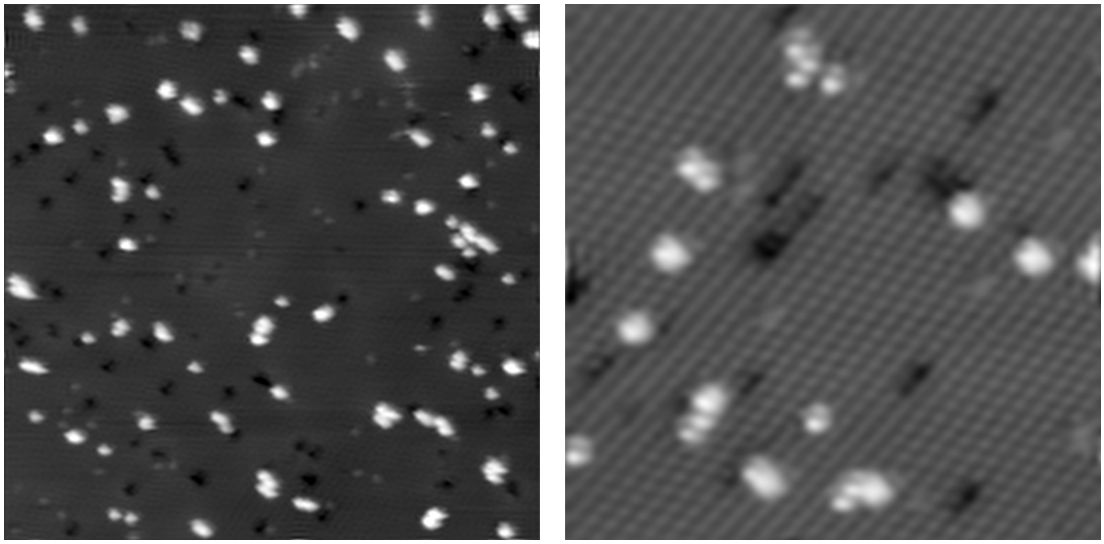


Obrázek 7.10: STM snímek vzorku č. 2 po depozici Sn po dobu 30 s. Napětí na vzorku -2 V, proud 0,3 nA, oblast 100×100 nm. Cínové atomy se shlukují do dendritických útvarů.

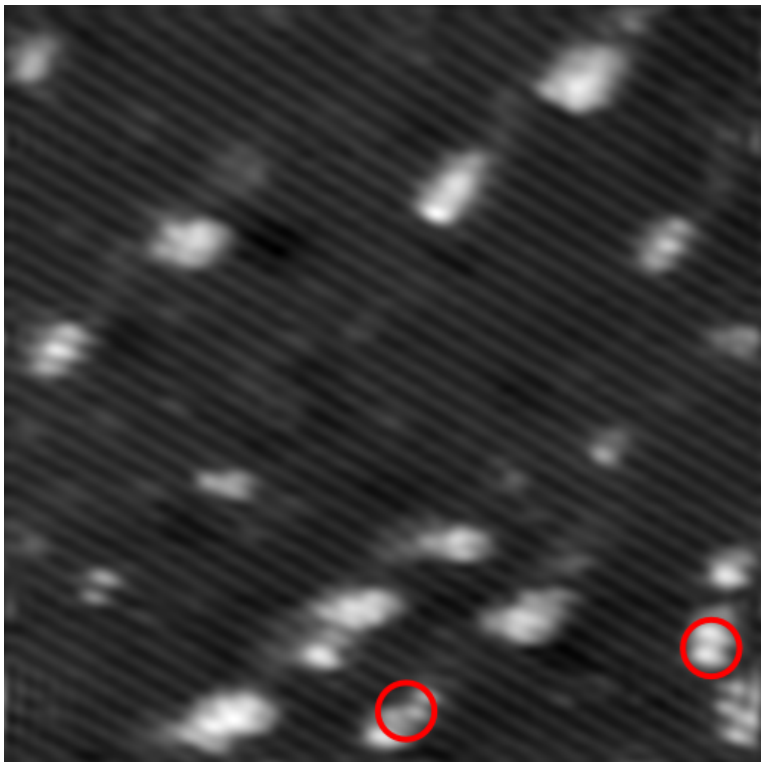
teplotě. Při nízké teplotě dle očekávání dochází k výraznému snížení pohyblivosti cínových adatomů a změně mechanismu růstu cínových struktur. Rozlišení mikroskopu nám při tomto experimentu nedovolilo prozkoumat dendritické útvary detailněji a případně získat růstové charakteristiky, ale to bude náš cíl v dalších experimentech.

Po této zkušenosti jsme se pokusili o vytvoření menšího pokrytí. Depozice probíhala pouze 3 s při proudu 6,8 A (příkon 18,6 W). Na povrchu jsme nacházeli malé světlé objekty, což mohou být cínové dimery, ale místy i dimerové řetízky. Na některých z nich je patrná přítomnost kolen, která u cínu při pokojové teplotě nebyla pozorována. Jejich objevení odpovídá naší představě o tom, že tvorba kolen není výlučnou vlastností hliníku, ale je dána způsobem růstu a může být za dostatečně nízkých teplot pozorována u všech kovů, jejichž výzkumem se zabýváme. Snímky z tohoto měření jsou na obrázcích 7.11 a 7.12.

Test vypařovadla pro cín proběhl úspěšně. Prokázalo se, že cínové vypařovadlo míří při rozžhavení na vzorek a byl získán první odhad depoziční rychlosti. Podařilo se zobrazit cínovou vrstvu při nízké teplotě, přičemž se ukázalo, že morfologie vrstvy je jiná než při pokojové teplotě, a byla objevena kolena v cínových řetízcích.



Obrázek 7.11: STM snímek vzorku č. 2 po depozici Sn po dobu 3 s. Vlevo: napětí na vzorku -2 V, proud 0,1 nA, oblast 50×50 nm. V pozadí rekonstrukce $c(4 \times 2)$, na některých řetízcích jsou patrná kolena. Vpravo: napětí na vzorku 1,5 V, proud 0,1 nA, oblast 20×20 nm.



Obrázek 7.12: STM snímek vzorku č. 2 po depozici Sn po dobu 3 s. Napětí na vzorku 2 V, proud 0,1 nA, oblast 20×20 nm. Na snímku se vyskytují cínové řetízky, identifikovaná kolena jsou červeně označena. Rekonstrukce $c(4 \times 2)$ není rozpoznatelná zřejmě kvůli vícenásobnému hrotu.

8. Růstové charakteristiky Al na Si(100)

Na starší UHV aparatuře byla provedena série měření hliníkových řetízků na povrchu Si(100)2×1. Čtyři měření, při kterých se podařilo dosáhnout dostatečného rozlišení mikroskopu a změřit řádově alespoň stovky řetízků, byla vybrána ke zpracování. Dvě měření proběhla při pokojové teplotě (RT) a dvě při teplotě přibližně 70 °C a je možné diskutovat vliv teploty na morfologii hliníkové vrstvy. Pokusil jsem se při dvou měřeních o vytvoření pokrytí přibližně 0,03 ML a při zbylých dvou dvojnásobného, ale nelze jednoduše ověřit, že se to podařilo.

8.1 Postup měření

Všechny experimenty proběhly v tlaku nižším než 3×10^{-9} Pa na stejném křemíkovém vzorku. Ten pochází z křemíkového waferu typu n dopovaného Sb, jehož měrný odpor je menší než $0,014\,\Omega$m. Pro odstranění dřívějšího depozitu a vytvoření povrchové rekonstukce 2×1 byl vzorek před každým měřením žíhán na 1200 °C. Hliník byl po zchladnutí substrátu deponován ze směrového vypařovadla namířeného na vzorek v poloze odvrácené od hrotu STM. Vypařovadlo je žhaveno průchodem proudu wolframovou spirálou. Nemá kalibrovanou depoziční rychlost a hodnoty proudu a doby depozice byly zvoleny na základě zkušeností z předchozích experimentů. Skenování probíhalo při napětí ± 2 V na vzorku a tunelovém proudu 0,3 nA. Při těchto parametrech jsou hliníkové řetízky výrazné v zobrazení prázdných stavů a nedochází k jejich ovlivňování skenujícím hrotem. Dál následuje popis jednotlivých měření.

I. Pokojová teplota

Křemíkový vzorek byl žíhán průchodem proudu 6,5 A po dobu 20 s a potom v opačné polaritě stejným proudem po dobu 5 s. Depozice hliníku probíhala 8 min při proudu vypařovadlem 9 A. Hodnota depoziční rychlosti vypočítaná z pokrytí je 1×10^{-4} ML/s.

Wolframový hrot STM byl nejdřív upravován skenováním na platinovém monokrystalu. Manipulacemi s hrotem (rychlé skenování, kdy hrot naráží do atomárních schodů, „zabodnutí“ hrotu do povrchu) jsem se snažil o pokrytí hrotu platinou, protože na wolframovém hrotu se zachytávají křemíkové atomy a zhoršují jeho vlastnosti.

Při tomto měření se podařilo dosáhnout dobrého rozlišení a stabilizovat hrot. Ke zpracování bylo použito celkem 24 snímků, na kterých bylo nalezeno 2615 hliníkových řetízků. Tím se toto měření řadí k nejrozsáhlejším, která byla v naší skupině provedena, a bude velmi užitečné při fitování parametrů modelu růstu Al na Si(100) pomocí KMC simulací.

II. Pokojová teplota

Žíhání vzorku proběhlo stejně jako v předchozím případě. Depozice trvala 20 min při proudu 9 A. Před měřením na křemíku byly prováděny úpravy hrotu na pla-

tinovém monokrystalu.

Povrch křemíkového vzorku nebyl rovný, ale tvořený „horami“ a „krátery“ a terasy byly velmi úzké. Dostatečně velké terasy se nacházely pouze na dně „kráteru“, a oblast vhodná pro měření byla značně omezená. Nedalo se měřit uprostřed skenované plochy, což znemožnilo zlepšit rozlišení změnou rozsahu napětí na skenovacích prvcích. Zároveň se nedařilo upravit dvojitý hrot, proto se na obrázcích vyskytují „duchové“ řetízků získaní druhou špičkou hrotu.

Tyto okolnosti způsobily, že se podařilo zpracovat jen tři snímky s 559 řetízky. Horší rozlišení způsobilo, že zejména jednotlivé dimery se hůře indentifikovaly a mohly být zaměněny s defekty křemíkového povrchu.

III. 70 °C

Křemíkový vzorek byl nejprve vyžíhán stejně jako při obou předchozích měřeních a poté zahříván průchodem proudu při příkonu 0,35 W. Tento příkon odpovídá teplotě vzorku (70 ± 10)°C. Depozice hliníku probíhala 8 min při proudu vypařovadlem 9 A. Vzorek byl zahříván po celou dobu depozice a ještě 10 min poté, aby byla umožněna relaxace systému.

Po depozici byl hrot upravován na platinovém monokrystalu a půl hodiny poté, co skončil ohřev, byl křemíkový vzorek umístěn pod hrot. Povrch byl tvořen převážně kratšími terasami o šířce přibližně 15 nm. Ke zpracování bylo použito 12 snímků a bylo nalezeno 1072 řetízků.

IV. 70 °C

Křemíkový vzorek byl žíhán na 1200 °C průchodem proudu 6,5 A dvakrát ve stejné polaritě po dobu 30 a 25 s a jednou v opačné polaritě po dobu 7 s. Příkon při ohřevu byl opět 0,35 W a odpovídající teplota (70 ± 10)°C. Depozice hliníku probíhala 20 min při proudu vypařovadlem 9 A a vzorek byl zahříván ještě 15 min po skončení depozice.

Skenování na křemíku začalo přibližně dvě hodiny po skončení ohřevu. Hrot byl předtím upravován na platinovém monokrystalu. I přestože byl hrot dvojitý, se podařilo dosáhnout dobrého rozlišení. Na povrchu se ale hustě vyskytovaly řádky chybějících dimerů a dá se předpokládat, že jejich přítomnost ovlivní povrchovou migraci adatomů a podmínky růstu. Zároveň se zde nacházely řetízkové útvary netvořené hliníkem, jak samostatně, tak zabudované do hliníkových řetízků. Experimenty na nové aparatuře potvrdily domněnku, že se jedná o křemíkové ostrůvky. U smíšených řetízků byly při zpracování započítány jen hliníkové části, a pokud se křemík nacházel uvnitř, počítal jsem hliníkové části jako dva řetízky. Ke zpracování bylo použito 12 snímků s 985 řetízky.

8.2 Zpracování výsledků

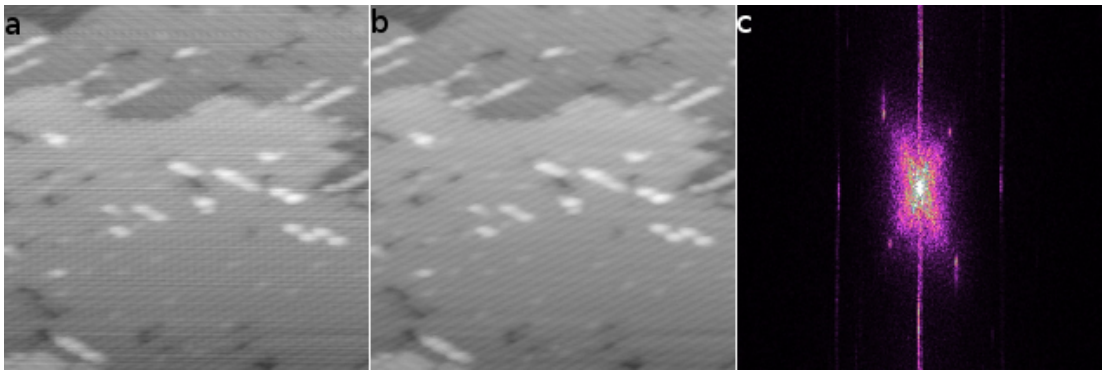
8.2.1 Zpracování snímků

Výstupem každého STM měření jsou čtyři soubory – soubor ve formátu .img obsahující veškerá naměřená data, soubor .inf obsahující metadata (velikost obrázku, čas měření, velikost a polaritu napětí, citlivost převodníků, kompenzaci

roviny, čas mezi skeny jednotlivých řádků aj.) a dva obrázky ve formátu .jpg zobrazující výsledek dopředného a zpětného skenu. Ty se ale nehodí ke zpracování, protože často obsahují řadu vad obrazu, které se obtížně odstraňují. Výhodnější je pracovat přímo s .img souborem, který může být načten např. programem Gwyddion. Ten jsem použil ke zpracování snímků. Zpracoval jsem pouze snímky ve zobrazení prázdných stavů, kde jsou hliníkové řetízky výrazné.

Mezi standardní úpravy při zpracování obrazu patří odečtení roviny a srovnání řádků podle mediánu, které jsou popsány v literatuře [6]. Dalšími často používanými úpravami jsou odstranění horizontálních šrámů, které mohou vznikat změnami hrotu v průběhu skenování, a zvýšení kontrastu roztažením barevné škály. V obrazech se často projevují kmity STM systému – může jít o mechanické kmity přenášené do aparatury zvenčí, elektrické rušení nebo kmity zpětné vazby. Zejména vyšší frekvence lze alespoň částečně odstranit dvojrozměrnou Fourierovou transformací (2D FFT) a použitím filtru. Postup a výsledek filtrace je znázorněn na obrázku 8.1.

Po úpravách obrazu byl z každého snímku vytvořen histogram délek řetízků.



Obrázek 8.1: Použití 2D FFT. a) Výřez z původního snímku s patrnými zákmity. b) Stejný výřez z filtrovaného snímku. c) Frekvenční obraz původního snímku. Požadovanému obrazu odpovídá pouze „oblak“ ve středu obrazu, svislý sloupec nad a pod ním a dva sloupce po stranách jsou tvořeny nežádoucími frekvencemi a byly odstraněny pomocí masky.

Počet dimerů v řetízcích bylo možné při dobrém rozlišení určit přímo jako počet světlých bodů tvořících řetízek, při horším rozlišení jsem ho určoval počtem křemíkových řádků, přes které řetízek ležel. Výsledný histogram pro každé měření vznikl sečtením histogramů všech zpracovaných snímků.

V jednotlivých řetízcích byla počítána kolena a délky segmentů oddělených koleny. Vedle rozdělení délek řetízků tak vznikla i rozdělení délek segmentů. Byla vypočítána střední délka řetízku a střední délka segmentu.

8.2.2 Určení pokrytí

Koncentrace n_s vystupující v kinetických rovnicích a škálovacím vztahu 2.6 představují hustotu ostrůvků velikosti s na 1 adsorpční pozici a z počtu řetízků příslušné délky N_s je lze vypočítat vztahem

$$n_s = N_s \frac{a^2}{A}, \tag{8.1}$$

kde $a = 3,84\,\text{Å}$ je mřížová konstanta povrchu (a^2 je plocha odpovídající jedné adsorpční pozici) a A je velikost skenované plochy. Pokrytí Θ pak analogicky z celkového počtu adatomů N:

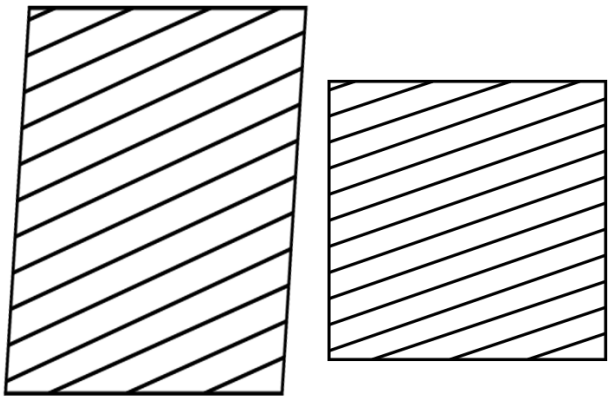
$$\Theta = N\frac{a^2}{A} \tag{8.2}$$

Znalost A je tedy důležitá pro stanovení pokrytí a koncentrací ostrůvků, jak ale ukážu níže, její velikost se nedá určit s velkou přesností.

Prvním odhadem plochy zobrazené na snímku je hodnota nastavená v ovládacím softwaru STM. Ta ale slouží k určení rozsahu napětí na skenovacích prvcích a skutečné velikosti plochy odpovídá jen hrubě kvůli deformacím obrazu – creepu piezokeramiky a teplotnímu driftu. Zatímco creep se projevuje jen na začátku každého obrazu a nezpůsobuje příliš velkou chybu, drift působí neustále. Jeho softwarová kompenzace je možná, ale při měření nebyla použita.

Vliv driftu nejlépe vystihuje obrázek 8.2. Skutečná plocha nalevo je pohybem vzorku proti směru skenování deformována do čtvercové oblasti. Skenování každého řádku je velmi rychlé ve srovnání s postupem mikroskopu shora dolů, proto drift působí deformaci především ve svislém směru. Zkreslení úhlů kosodélníku je dáno pohybem začátku řádků, délka řádků zůstává nezměněna. Drift probíhající ve směru skenování by se projevil analogicky, mikroskop by ale opakovaně skenoval stejné řádky a původní plocha by do čtvercové oblasti byla roztažena. Pro další úvahu je potřeba předpokládat, že zkreslení úhlů je malé a původní kosodélník se podobá obdélníku.

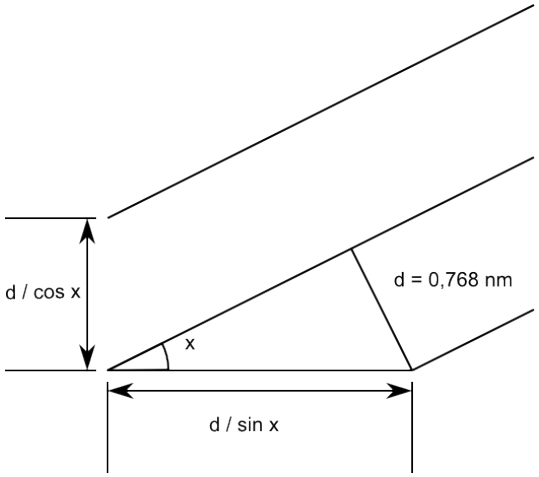
Možnost určení rozměrů skenované oblasti poskytuje rekonstrukce povrchu.



Obrázek 8.2: Deformace STM obrazu vlivem teplotního driftu. Vlevo původní plocha, na které jsou naznačeny řádky povrchu Si(100)2 × 1. Vpravo čtverec, který zobrazí STM.

Lze spočítat řádky na vodorovných a svislých okrajích obrázku a geometrickou úvahou naznačenou na obrázku 8.3 pak vypočítat délku hran. Jedinou neznámou je úhel x mezi směrem řádků a hranou obrázku, ale právě ten je driftem deformován, jak je vidět z obrázku 8.2.

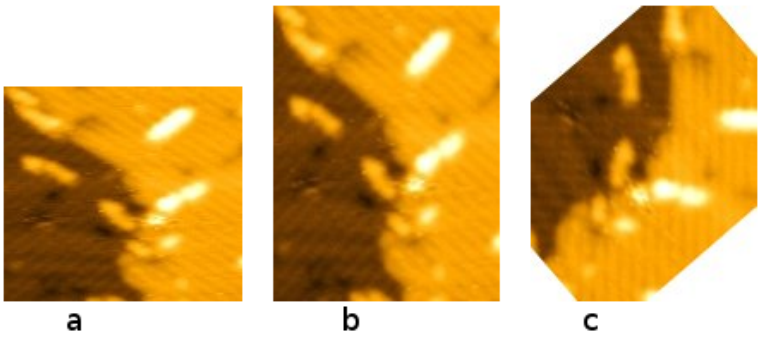
Při určení původního úhlu využíváme fakt, že řádky na rozhraní atomárních teras povrchu Si(100)2 × 1 jsou navzájem kolmé, ale drift úhel mezi nimi zkreslí. Snímek s více terasami otevřeme v editoru fotografií (použil jsem program GIMP 2) a roztáhneme ve svislém směru tak, aby mezi řádky na vedlejších terasách vznikl pravý úhel. Tím získáme původní tvar oblasti, pokud předpokládáme, že



Obrázek 8.3: Geometrická úvaha k určení délky hran STM obrazu.

byla obdélníková. Potom ji otočíme, aby dimerové řádky byly rovnoběžné s hranami obrazu a odečteme úhel otočení. Celý postup je naznačen na obrázku 8.4.

Velikost plochy určená tímto způsobem je závislá na přesnosti deformací



Obrázek 8.4: Zpracování obrazu v editoru fotografií. a) Detail původního snímku. Dimerové řádky na terasách nesvírají pravý úhel. b) Tentýž detail roztažený tak, aby řádky byly navzájem kolmé. c) Otočení obrazu, řádky jsou rovnoběžné s jeho hranami.

a otáčení v editoru fotografií, předpoklad původní obdélníkové oblasti navíc bude splněn, jen pokud bude drift probíhat ve směru skenování, což se nedá očekávat. Nelze takto zpracovat každý snímek, protože je potřeba, aby byl zobrazen atomární schod a zároveň se daly spočítat křemíkové řádky na dvou stranách obrázku. Přesto se jedná o nejlepší odhad, který máme k dispozici. Pokrytí lze stanovit s přesností na jednu platnou číslici. S rozlišením mikroskopu, které by umožnilo pozorovat jednotlivé křemíkové dimery, bychom mohli z počtu dimerů v řádku a počtu řádků velikost oblasti určit přímo, ale takového rozlišení jsem při experimentech nedosáhl.

8.2.3 Škálování histogramu

Škálovací funkce je jednou z důležitých charakteristik růstu, které lze odvodit z naměřených dat. Při použití škálovacího vztahu 2.6 je potřeba vypočítat koncentrace n_s, které jsou vzhledem k metodě odhadu plochy značně nepřesné. Ská-

lovací relaci lze nicméně upravit do jiné formy, ve které se plocha nevyskytuje, a funkci odvodit pouze z dat v histogramu.

Střední délku řetízku je dána vztahem

$$s_{av} = \frac{\sum_s sN_s}{\sum_s N_s} \tag{8.3}$$

a po dosazení do 2.6 se na obou stranách rovnice vykrátí člen a^2/A a dostáváme

$$N_s \sim \frac{\left(\sum_s N_s\right)^2}{\sum_s sN_s} f\left(s/s_{av}\right). \tag{8.4}$$

Opětovným použitím 8.3 získáme finální vztah pro odvození škálovací funkce:

$$f\left(s/s_{av}\right) \sim \frac{s_{av}}{\sum_s N_s} N_s \tag{8.5}$$

8.3 Výsledky

Výsledky jsou prezentovány ve čtyřech sadách grafů – každá pro jedno měření – na obrázcích 8.5, 8.5, 8.7 a 8.8. Červený histogram vlevo nahoře zobrazuje počet řetízků v závislosti na jejich délce, tyrkysový histogram vpravo nahoře počet segmentů v řezízcích v závislosti na jejich délce. Vlevo dole se nachází srovnání obou histogramů, kde jsou původní histogramy normovány na jednotkovou plochu. Vpravo dole je pak typický obrázek z měření.

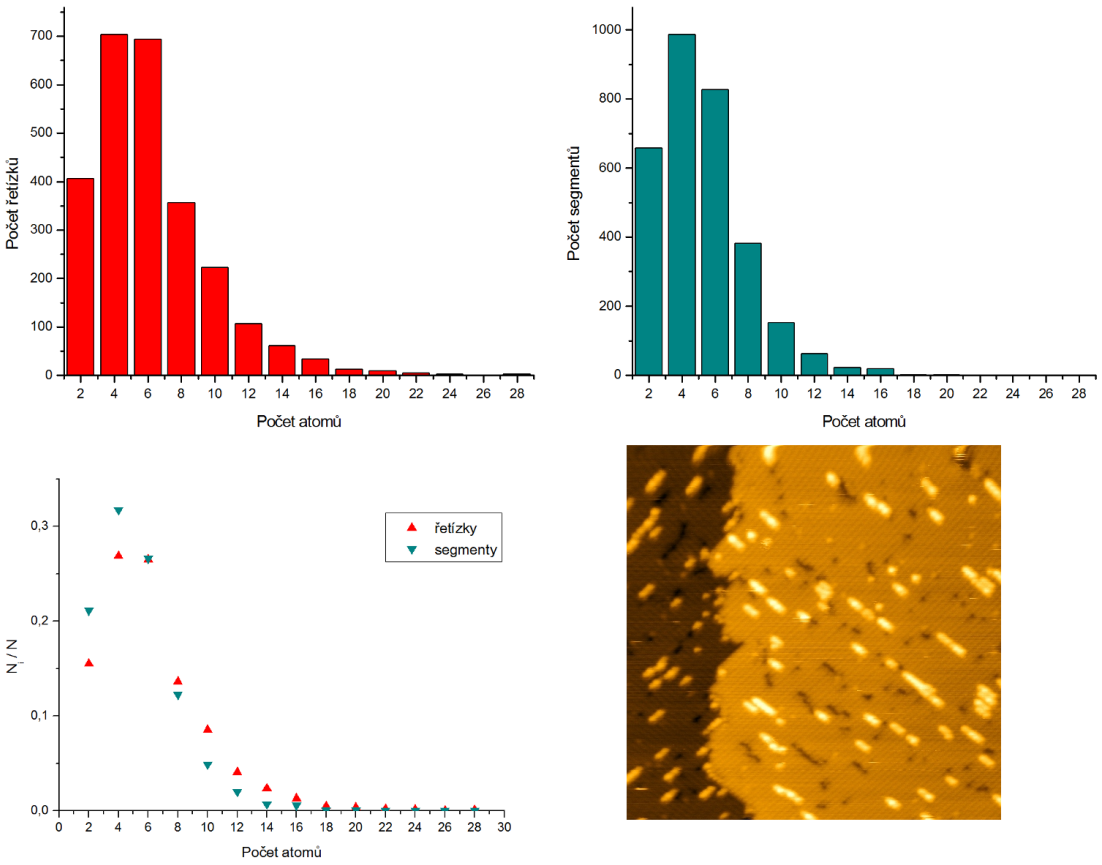
Údaje odvozené z histogramů – střední délka řetízku a segmentu a hustota kolen na 1 adatom jsou uvedeny v tabulce 8.1. Srovnání škálovaných histogramů je na obrázku 8.9. Výsledky jsou komentovány a diskutovány v sekci 8.4.

Tabulka 8.1: Přehled výsledků měření Al na Si(100).

Číslo měření	I	II	III	IV
Teplota	RT	RT	$(70 \pm 10)\,°C$	$(70 \pm 10)\,°C$
Pokrytí	0,03 ML	0,03 ML	0,07 ML	?
Počet řetízků	2615	559	1072	985
Střední délka řetízku [atomy]	6,2	6,4	6,9	8,1
Počet segmentů	3108	709	1130	1058
Střední délka segmentu [atomy]	5,2	5,1	6,5	7,5
Hustota kolen na 1 adatom	0,03	0,04	0,008	0,009

8.4 Diskuse

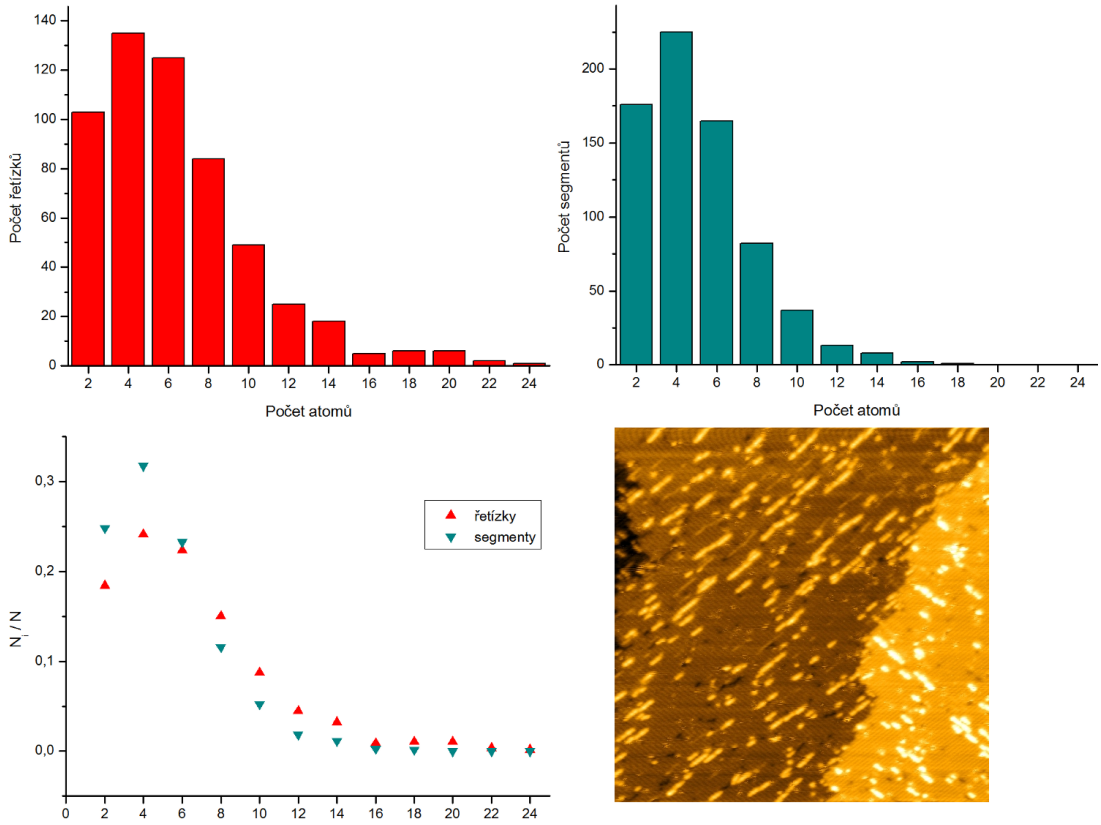
Snažil jsem se o provedení systematického souboru měření, na kterém by se dal ukázat vliv teploty substrátu a pokrytí na hliníkové struktury. Teplota vzorku se dala dobře kontrolovat a její vliv je ve výsledcích patrný, ale pokrytí lze z důvodů uvedených výše odhadnout s přesností jen 0,01 ML. Větší množství snímků vhodných k určení pokrytí bylo získáno pouze při měření I, kde jako průměr vychází pokrytí 0,03 ML. Při měření III probíhala depozice stejným způsobem, očekávané



Obrázek 8.5: Výsledky měření I. Vlevo nahoře histogram délek řetízků, vpravo nahoře histogram délek segmentů v řetízcích, vlevo dole srovnání obou, vpravo dole STM snímek z měření (napětí na vzorku 2 V, proud 0,3 nA, velikost dle ovládacího softwaru 40×40 nm).

pokrytí je tedy stejné. Dalo se určit jen z několika snímků, ale ty tuto hodnotu potvrzují. Při měření II nevznikl žádný vhodný snímek, pokrytí 0,07 ML je odhadnuto pouze z poměru dob depozice. Na STM snímcích v 8.5 a 8.6 je ale rozdíl v hustotě řetízků dobře patrný. Měření IV představuje v tomto ohledu problém, protože pokrytí by mělo být stejné jako v případě II, čemuž nasvědčuje i větší střední délka řetízku. Ze tří snímků, ze kterých se dalo pokrytí určit, ale vychází hodnota 0,02 ML, což depoziční době neodpovídá. Za nejpravděpodobnější považuji vysvětlení, že tyto tři snímky nepředstavují vhodný vzorek, zároveň ale mohlo dojít ke snížení pokrytí např. jinou orientací vzorku v aparatuře a změnou velikosti plochy, na kterou dopadal proud atomů z vypařovadla. Skutečnou hodnotu pokrytí nedokážu v tomto případě odhadnout.

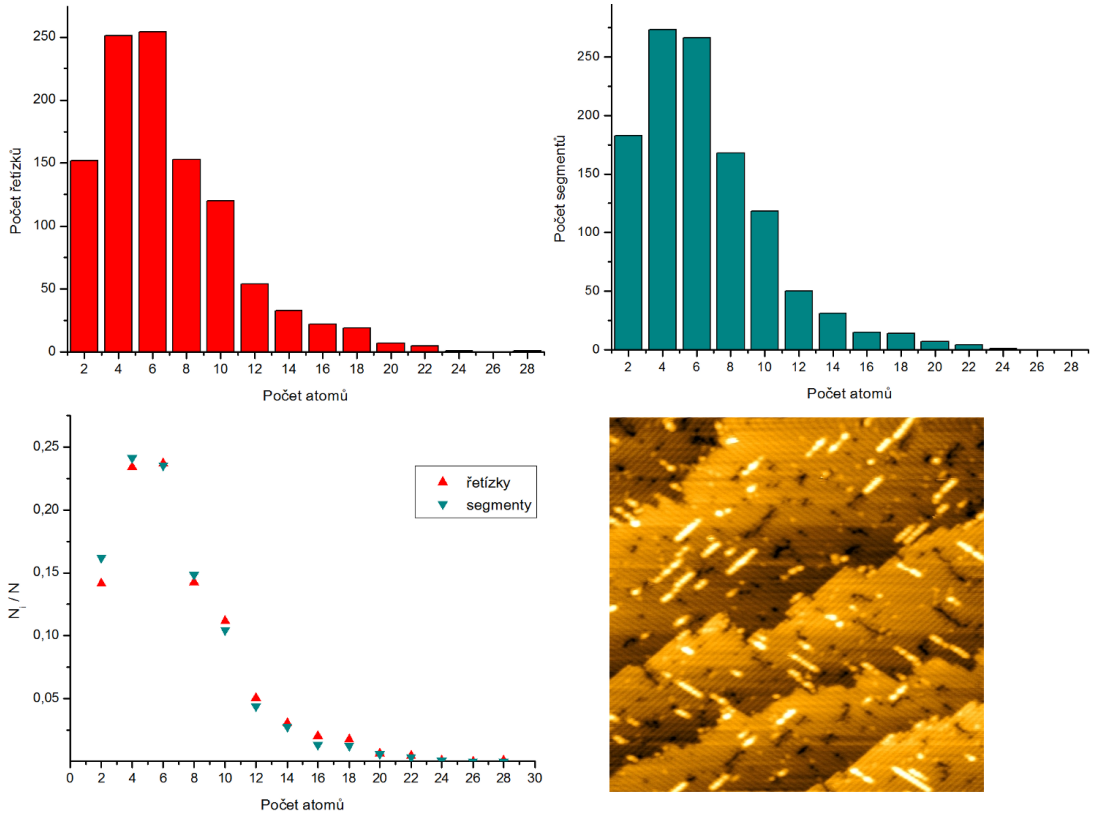
Počet hliníkových dimerů v řetízku lze většinou určit přesně buď počítáním světlých bodů nebo z počtu řádků rekonstrukce povrchu pod řetízkem. Výjimkou jsou pouze jednotlivé dimery, které jsou při horším rozlišení zaměnitelné s nečistotami na povrchu nebo s C defekty. To se projevilo zvlášť při měření II, kdy nebylo možné změnit rozsahy napětí na skenovacích prvcích a hrot byl dvojitý. Kritériem, které umožňuje odhadnout chybu v počtu řetízků, je kolaps škálovaných histogramů do jedné škálovací funkce a při pohledu na graf 8.9 vidíme, že první hodnota měření II ze závislosti nijak nevybočuje, takže můžeme říct, že chyba není výrazná.



Obrázek 8.6: Výsledky měření II. Vlevo nahoře histogram délek řetízků, vpravo nahoře histogram délek segmentů v řetízcích, vlevo dole srovnání obou, vpravo dole STM snímek z měření (napětí na vzorku 2 V, proud 0,3 nA, velikost dle ovládacího softwaru 50×50 nm).

Dosud neřešeným problémem je, zda do statistiky řetízků počítat i řetízky začínající na hranách teras a řetízky přesahující okraje snímku. Na hranách teras lze očekávat preferenční adsorpční pozici a atomy se následně připojují jen k jednomu konci řetízku, růst tedy probíhá jinak než na volném povrchu. V experimentech se ale neukázalo, že by se řetízky na hranách vyskytovaly častěji než na volném povrchu, a pokud bylo možné identifikovat, kde končí terasa a začíná hliníkový řetízek, zahrnul jsem je do zpracování. Jejich podíl na celkovém počtu odhaduji maximálně na několik procent. Řetízky, které se nacházejí na okrajích snímku, jsem zahrnul rovněž, přičemž jsem jako jejich délku počítal viditelnou část. Tento postup může ovlivnit výsledek měření, ale vyloučení těchto řetízků ho ovlivňuje taktéž a není zřejmé, jakým způsobem a jak moc. Jejich zahrnutím jsem získal vyšší podíl kratších řetízků. Pokud si ale prohlédneme rozdělení délek, vidíme, že krátké řetízky jsou zastoupeny nejčastěji (podotýkám, že řetízky přečnívající ze snímků tvoří opět nejvýše jednotky procent z celkového počtu, takže nemohou tvar rozdělení změnit), a je pravděpodobné, že mnoho z těchto řetízků za okrajem snímku nepokračuje a žádnou chybu do statistiky nevnáší. Vynechání řetízků delších, než je střední délka, by tuto veličinu nepříznivě ovlivňovalo a vedlo by k chybě při škálování histogramu.

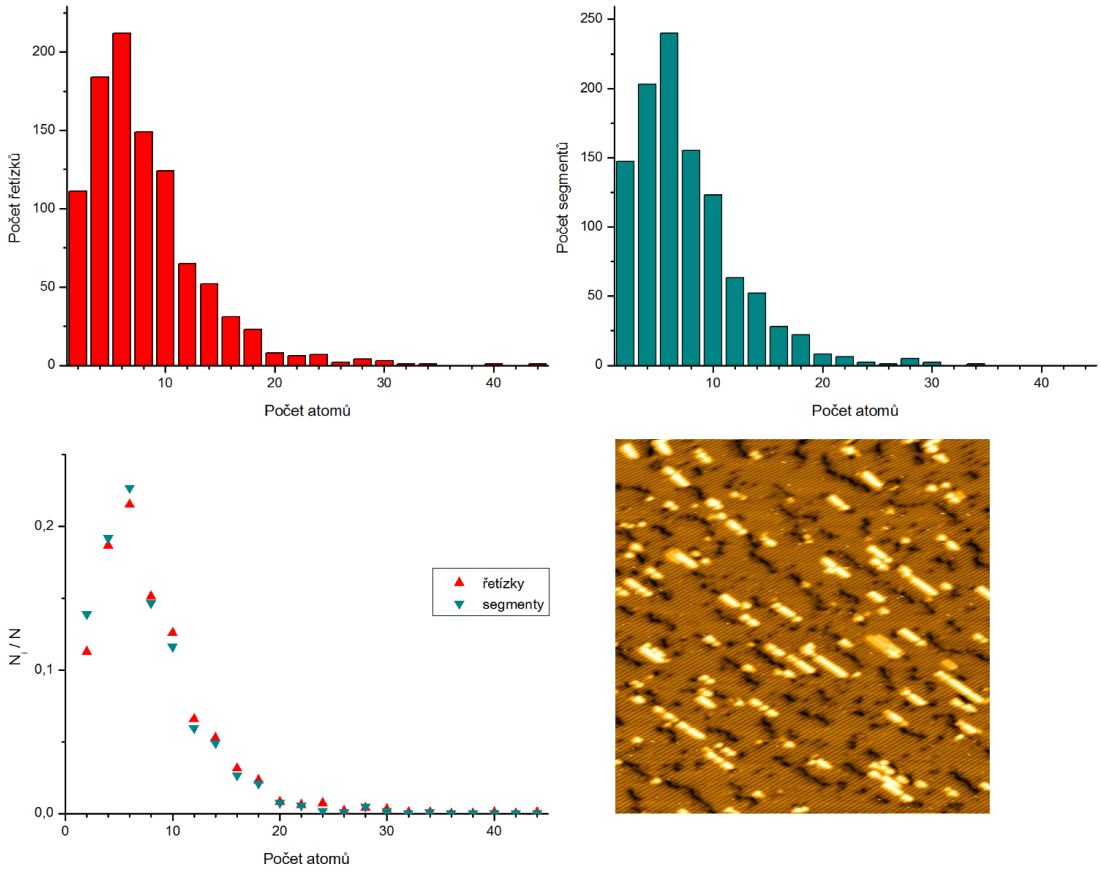
Všechny histogramy vykazují monomodální rozdělení, což odpovídá dosavadním poznatkům o růstu hliníkových struktur na Si(100). Po škálování kolabují do shodné funkce (viz graf 8.9). Překvapivé to je pouze v případě měření IV, kde kvů-



Obrázek 8.7: Výsledky měření III. Vlevo nahoře histogram délek řetízků, vpravo nahoře histogram délek segmentů v řetízcích, vlevo dole srovnání obou, vpravo dole STM snímek z měření (napětí na vzorku 2 V, proud 0,3 nA, velikost dle ovládacího softwaru 40×40 nm).

li množství defektů na povrchu a výskytu řad chybějících dimerů nebylo předem jasné, jak bude růst probíhat. Při teplotě 70 °C tedy už defekty nemají výrazný vliv na pohyblivost adatomů. Ty mohou dimerové vakance buď překonat, což dosud nebylo studováno, nebo při této teplotě probíhá migrace dostatečně rychle podél křemíkových řádků i přes ně. Zajímavým jevem pozorovaným při tomto měření je také výskyt smíšených hliníkovo-křemíkových řetízků. Jeden z nich je označen na obrázku 8.10. Porovnáním s měřeními při přípravě vzorku na nové aparatuře jsem došel k závěru, že „dvojitá“ část řetízku je tvořena křemíkem. Pravděpodobným mechanismem vzniku těchto objektů je, že díky množství defektů na povrchu se při chladnutí vzorku po žíhání nedostanou všechny migrující křemíkové atomy k terasám a vytvoří ostrůvky. K nim se pak vážou hliníkové řetízky.

Růst střední délky řetízku s pokrytím i teplotou a posun maxima rozdělení délek při vyšší teplotě je v souladu s očekáváním. Při vyšší teplotě adatomy projdou větší plochu a mají větší šanci připojit se k existujícím řetízkům. Pokles hustoty kolen s teplotou odpovídá naší hypotéze o jejich vzniku a představě, že případné vyrování kolen (tedy přeskok atomu do pozice, ve které řetízek roste přímo) je tepelně aktivovaný proces. Řetízky pozorované při pokojové teplotě jsou členěny na větší množství kratších segmentů, na srovnání histogramů délek řetízků a délek segmentů vidíme výrazný posun k nižším délkám. Při vyšší teplotě jsou naopak na povrchu nacházíme i velmi dlouhé rovné řetízky a histogramy jsou

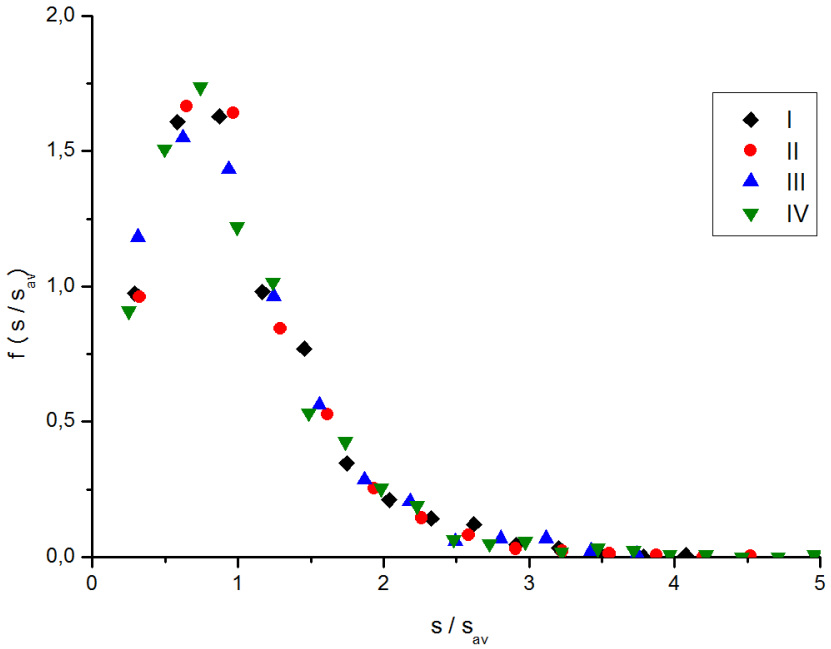


Obrázek 8.8: Výsledky měření IV. Vlevo nahoře histogram délek řetízků, vpravo nahoře histogram délek segmentů v řetízcích, vlevo dole srovnání obou, vpravo dole STM snímek z měření (napětí na vzorku 2 V, proud 0,3 nA, velikost dle ovládacího softwaru 40×40 nm). Na snímku jsou patrné tmavé řádky chybějících dimerů tvořené vakancemi a split-off dimery.

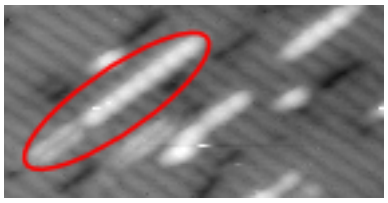
téměř shodné.

Růstové charakteristiky hliníku na Si(100) byly měřeny v diplomové práci M. Kučery [21] a je proto na místě porovnat výsledky obou prací. Protože histogramy závisí na teplotě substrátu při depozici, pokrytí i na počtu řetízků zahrnutých do zpracování, lze smysluplně porovnat pouze škálovaná rozdělení délek řetízků. Škálovací funkce v obou pracích dobře odpovídají svým tvarem a polohou maxima. Hodnoty funkce v [21] jsou dvakrát menší, než v této práci, což je ale způsobeno chybou zpracování v [21], kdy byla délka řetízku počítána v dimerech místo v atomech. Při správné úpravě by měla rozdělení kolabovat do shodné monomodální funkce. Z toho usuzuji, že růst hliníkových řetízků probíhá stejným způsobem v teplotním rozmezí od pokojové teploty do 250 °C a při pokrytích menších než 0,1 ML. Růst je řízen kinetickými procesy a probíhá daleko od termodynamické rovnováhy.

Při provedených měřeních byly vytvořeny dostatečně velké statistické soubory, aby mohly být použity k fitování parametrů modelu růstu Al na Si(100) pomocí KMC simulací. Fitovanými parametry jsou energetické bariéry pro pohyb adatomů Al na povrchu, vazebné energie atomů v řetízku a příslušné prefaktory. Fit se hodnotí podle shody střední délky řetízku, hustoty kolen a histogramu délek



Obrázek 8.9: Škálované histogramy z měření I, II, III a IV.



Obrázek 8.10: Hliníkovo-křemíkový řetízek na Si(100) (označen červeně). Napětí na vzorku 2 V, tunelový proud 0,3 nA.

řetízků. Statistika délek segmentů představuje dodatečnou informaci, o kterou může být hodnocení simulací v budoucnosti rozšířeno.

Při znalosti růstových charakteristik při různých teplotách je možný postup určení aktivačních energií povrchové migrace uvedený v [16], dle kterého existuje vztah mezi celkovou koncentrací ostrůvků n a difuzním koeficientem D: $D \propto n^{-1/3}$ pro izotropní 2D migraci a $D \propto n^{-2/7}$ pro 1D migraci. Konstanta úměrnosti zahrnuje depoziční rychlost a pokrytí, v D se jako neznámé vyskytují prefaktor a aktivační energie. Protože jsem měl k dispozici data naměřená pouze při dvou teplotách, mohl jsem fitovat jen jednu proměnnou, tedy energii, ostatní jsem odhadl a prefaktor zvolil jako 10^{13}. Naneštěstí není ani jeden z uvedených vztahů pro hliník na Si(100) při pokojové a vyšší teplotě zcela správný, protože migrace je anizotropní, ale zřejmě neprobíhá pouze v jednom směru (což usuzuji na základě výsledků měření č. 4). Přesto jsem použil vztah pro 1D migraci a i když výsledná funkce neodpovídala experimentálním hodnotám příliš dobře, vyšla aktivační energie jako 0,3 eV, což představuje řádovou shodu s dřívějšími výsledky (viz tabulka 4.1). Domnívám se, že tuto metodu lze použít k určení aktivační energie povrchové migrace v preferovaném směru na základě výsledků budoucích nízkoteplotních měření, při kterých by migrace měla být skutečně 1D. Kalibrací depoziční rychlosti vypařovadla lze snížit počet neznámých a fitovat jen hodnoty prefaktoru a aktivační energie.

Závěr

Mezi cíli práce bylo provedení náročných experimentů s hliníkem na Si(100), které vyžadovaly spuštění nové nízkoteplotní aparatury se systémem STM v prostředí s výrazně potlačeným mechanickým rušením. Příprava aparatury ke spuštění a ověření její funkce a možností zabraly více času, než jsme původně předpokládali, a stala se důležitou součástí práce. Měření růstových charakteristik hliníku proběhlo pouze při pokojové teplotě a 70 °C na starším zařízení.

Aparatura byla úspěšně uvedena do provozu v rušném prostředí laboratoře ve 3. patře. Byly otestovány dílčí systémy potřebné k přípravě experimentů: činnost manipulátoru pro přenos vzorků, žíhání vzorků a hrotů STM, výměna hrotu STM bez porušení UHV podmínek. Při použití chlazení se mi podařilo vzorek zchladit běžně na teplotu −110 °C. Dosud nejnižší dosažená teplota vzorku je −134 °C a po instalaci radiačního štítu očekáváme účinnější chlazení a další snížení teploty vzorku.

V dosud neznámých podmínkách nové aparatury byl nalezen postup přípravy povrchu Si(100) vhodného pro experimenty s epitaxí kovů – s atomárními terasami širokými desítky nm, bez C defektů a řádků chybějících dimerů. Vzorek i držák vzorku je potřeba důkladně odplynit a pak prudce žíhnout, čímž dojde k odstranění ochranné oxidové vrstvy. Počáteční žíhání při nízkém příkonu vede pouze k porušení oxidu a dochází ke zhrubnutí vzorku. Ukázalo se, že nejdůležitějším faktorem při přípravě čistého povrchu je tlak, který je potřeba při žíhání vzorku udržet v řádu 10^{-9} Pa – i při správném odplynění vzorku na povrchu vznikají řádky chybějících dimerů, pokud je hodnota 10^{-8} Pa překročena. V naší aparatuře je k dosažení a dlouhodobému udržení takto nízkého tlaku potřeba naplnit kryopanel kapalným dusíkem a použít ho jako kryosorpční vývěvu. Při mnohonásobném žíhání na 1200 °C (u našich vzorků příkonem 15 W) v obou polaritách napětí dochází k vytvoření velkých teras s nízkou koncentrací defektů.

Testoval jsem funkci nových vypařovadel pro hliník a cín a magnetických clon, pro které jsem vytvořil ovládací systém. Hliníkové vypařovadlo při rozžhavení zřejmě nemíří na vzorek a dochází v něm ke zkratu. Při otevření aparatury zjistíme příčinu tohoto chování a vypařovadlo upravíme. Cínové vypařovadlo funguje správně a na povrchu byla vytvořena pokrytí cínem přibližně 0,1 a 0,01 ML. Získal jsem první odhad depoziční rychlosti cínu, který je 3×10^{-3} ML/s při proudu vypařovadlem 7 A, což znamená příkon 20,3 W.

Na nové aparatuře jsem dosáhl atomárního rozlišení i v nevhodných podmínkách a podařilo se mi zobrazit nízkoteplotní rekonstrukci Si(100)$c(4 \times 2)$ a cínové útvary na tomto povrchu. Atomární rozlišení musí být především umožněno tvarem a stabilitou hrotu. Pokud je hrot kvalitní, je dále potřeba provést kompenzaci teplotního driftu, který je výrazný zvláště při nízkoteplotním měření, kdy se různé části aparatury ochlazují různou rychlostí. Ke snížení a ustálení driftu dochází přibližně po 7 hodinách od začátku chlazení.

Cínové struktury na Si(100) dosud nebyly při nízké teplotě studovány. Při pokojové teplotě cín vytváří dlouhé rovné řetízky. Při nízké teplotě jsem pozoroval dendritické útvary a krátké řetízky, ve kterých se vyskytovala kolena, dosud pozorovaná jen při růstu hliníku za pokojové teploty. Nepodařilo se zobrazit detaily dendritických útvarů a změřit růstové charakteristiky, ale dá se předpokládat,

že růst cínových útvarů probíhá jiným způsobem než při pokojové teplotě a že podobnou změnu můžeme čekat i u india a galia.

Změřil jsem růstové charakteristiky hliníku na Si(100) při pokojové teplotě a 70 °C. Při zpracování výsledků jsem narazil na problémy spojené s deformací skenované oblasti vlivem nekompenzovaného teplotního driftu a vyvinul jsem metodu, která umožňuje odhadnout velikost původní oblasti a pokrytí. Rozdělení délek hliníkových řetízků vykazují monomodální charakter a jsou v souladu s dřívějšími měřeními. V průběhu experimentů se na křemíkovém vzorku vytvořily řádky chybějících dimerů a poslední měření proběhlo povrchu pokrytém těmito defekty. Výsledky naznačují, že i na takovém povrchu probíhá při teplotě 70 °C růst stejně jako na čistém povrchu, hliníkové adatomy jsou zřejmě dostatečně pohyblivé, aby jejich migrace nebyla ovlivněna přítomností defektů, a mohou přeskakovat podél křemíkových řádků i kolmo přes ně.

Výsledky podporují naši hypotézu o vzniku kolen v řetízcích zachycením atomu v adsorpční pozici, která je preferovaná oproti pozicím na čistém povrchu, ale její adsorpční energie je nižší než energie pozice odpovídající přímému pokračování řetízku. Při vyšší teplotě mají atomy větší šanci přeskočit do nejvýhodnější pozice a kolen nacházíme méně. Předpoklad, že vznik kolen není charakteristický pouze pro hliník, ale závisí na teplotě a při snížení teploty je najdeme i u jiných kovů, byl potvrzen jejich pozorováním při experimentu s cínem.

Změřené charakteristiky budou použity pro fitování parametrů modelu růstu hliníku na Si(100) pomocí KMC simulací. V literatuře jsem objevil alternativní metodu určení aktivační energie povrchové migrace fitováním teplotní závislosti koncentrací řetízků. Přestože migrace hliníkových adatomů na Si(100) při pokojové a vyšší teplotě nesplňuje její předpoklady úplně, zkusil jsem ji použít pro naměřená data a výsledek vyšel v řádové shodě s publikovanými údaji. Domnívám se, že může být použita k určení aktivační energie přeskoků v preferovaném směru při nízké teplotě.

Výsledky získané během testování a prvního experimentálního nasazení nového nízkoteplotního UHV systému STM potvrdily proveditelnost plánovaných experimentů s Al a Sn, případně i s dalšími kovy (In, Ga), při nízkých teplotách. Zobrazení struktur tvořených těmito kovy na Si(100) při nízkých teplotách a změření jejich růstových charakteristik významně přispějí k porozumění mechanismu jejich růstu a umožní dále rozvíjet model růstu a určit jeho mikroskopické parametry. Nenahraditelná data v tomto směru poskytnou také *in-vivo* experimenty, při kterých budeme moci sledovat probíhající povrchovou migraci a proces růstu. Hodnoty adsorpční energie kovových atomů na Si(100) a vazebné energie atomů v řetízcích pak budeme schopni určit přímo.

Seznam použité literatury

[1] Bai, Chunli. *Scanning Tunneling Microscopy and Its Applications.* Springer Series in Surface Sciences **32**. New York, 2000. ISBN 3-540-65715-0.

[2] Bardeen, J. *Tunneling from a many-particle point of view.* Phys. Rev. Lett. **6**, 57–59 (1961)

[3] Tersoff, J., Hamann, D. R. *Theory of the scanning tunneling microscope.* Phys. Rev. B **31**(2), 805–813 (1985)

[4] Ošťádal, Ivan, Sobotík, Pavel. *Řádkovací tunelová mikroskopie – STM – historie, princip, konstrukce a příbuzné techniky.* Československý časopis pro fyziku **48**, 170–178 (1998)

[5] Binnig, Gerd, Rohrer, Heirich. *Scanning Tunneling Microscopy - From Birth to Adolescence.* Nobel lecture, December 8, 1986.

[6] Mironov, V. L. *Fundamentals of Scanning Probe Microscopy.* The Russian Academy of Sciences, Institute of Physics and Microstructures. Nizhnyi Novgorod, 2004. Dostupné na http://www.ntmdt.com/brochures.

[7] Witten, T. A., Jr., Sander, L. M. *Diffusion-Limited Aggregation, a Kinetic Critical Phenomenon.* Phys. Rev. Lett. **47**(19), 1400–1403 (1981)

[8] Zhang, Zhenyu, Lagally, Max C. *Atomistic Processes in the Early Stage of Thin-Film Growth.* Science **276**, 377–383 (1997)

[9] Ratsch, C., Venables, J. A. *Nucleation theory and the early stages of thin film growth.* J. Vac. Sci. Technol. A **21**(5), S96–S109 (2003)

[10] Bales, G. S., Chrzan, D. C. *Dynamics of irreversible island growth during submonolayer epitaxy.* Phys. Rev. B **50**(9), 6057–6067 (1994)

[11] Vvedensky, D. D. *Scaling functions for island-size distributions.* Phys. Rev. B **62**(23), 15435–15438 (2000)

[12] Bartelt, M. C., Evans, J. W. *Exact island-size distributions for submonolayer deposition: Influence of correlations between island size and separation.* Phys. Rev. B **54**(24), R17359–R17362 (1996)

[13] Mulheran, P. A., Blackman, J. A. *Capture zones and scaling in homogeneous thin-film growth.* Phys. Rev. B **53**(15), 10231–10267 (1996)

[14] Bartelt, M. C., Schmid, A. K., Evans, J. W., Hwang, R. Q. *Island Size and Environment Dependence of Adatom Capture: Cu/Co Islands on Ru(0001).* Phys. Rev. Lett. **81**(9), 1901–1904 (1998)

[15] Amar, Jacques G., Popescu, Mihail N., Family, Feyerdoon. *Rate-Equation Approach to Island Capture Zones and Size Distributions in Epitaxial Growth.* Phys. Rev. Lett. **86**(14), 3092–3095 (2001)

[16] Mo, Y. W., Kleiner, J., Webb, M. B., Lagally, M. G. *Activation Energy for Surface Diffusion of Si on Si(001): A Scanning-Tunneling-Microscopy Study.* Phys. Rev. Lett. **66**(15), 1998–2001 (1991)

[17] Bartelt, M. C., Evans, J. W. *Scaling analysis of diffusion-mediated island growth in surface adsorption processes.* Phys. Rev. B **46**(19), 12675–12687 (1992)

[18] Bartelt, M. C., Evans, J. W. *Nucleation and growth of square islands during deposition: sizes, coalescence, separations and correlations.* Surface Science **298**, 421–431 (1993)

[19] Evans, J. W., Bartelt, M. C. *Nucleation and growth in metal-on-metal homoepitaxy: Rate equations, simulations and experiments.* J. Vac. Sci. Technol. A **12**(4), 1800–1808 (1994)

[20] Stroscio, Joseph A., Pierce, D. T. *Scaling of diffusion-mediated island growth in iron-on-iron homoepitaxy.* Phys. Rev. B **49**(12), 8522–8525 (1994)

[21] Kučera, Michael. *Studium růstu 1-D struktur obsahujících atomy kovů III. a IV. skupiny pomocí STM.* Diplomová práce. Univerzita Karlova v Praze, Matematicko-fyzikální fakulta. Praha 2011.

[22] Tokar, V. I., Dreyssé, H. *Scaling in the equilibrium size distribution of one-dimensional surface clusters.* Phys. Rev. B **74**, 115414 (2006)

[23] Kocán, Pavel, Sobotík, Pavel, Ošťádal, Ivan, Setvín, Martin, Haviar, Stanislav. *Modelling growth of one-dimensional islands: influence of reactive defects.* Phys. Rev. E **80**, 061603 (2009)

[24] Albao, M. A., Evans, M. M. R., Nogami, J., Zorn, D., Gordon, M. S., Evans, J. W. *Monotonically decreasing size distributions for one-dimensional Ga rows on Si(100).* Phys. Rev. B **72**, 035426 (2005)

[25] Kocán, Pavel, Sobotík, Pavel, Ošťádal, Ivan. *Comment on "Monotonically decreasing size distributions for one-dimensional Ga rows on Si(100)".* Phys. Rev. B **74**, 037401 (2006)

[26] Javorský, Jakub, Setvín, Martin, Ošťádal, Ivan, Sobotík, Pavel, Kotrla, Miroslav. *Heterogeneous nucleation and adatom detachment at one-dimensional growth of In on Si(100)*-2×1. Phys. Rev. B **79**, 165424 (2009)

[27] WWW Picture gallery based on in the Surface Structure Database (SSD, NIST Standard Reference Database 42) by P. R. Watson, M. A. Van Hove, K. Hermann. The pictures have been prepared from SSD output and postprocessed with BALSAC by K. Hermann.

[28] Appelbaum, Joel A., Baraff, G. A., Hamann, D. R. *The Si(100) surface. III. Surface reconstruction.* Phys. Rev. B **14**(2), 588–601 (1976)

[29] Tromp, R. M., Hamers, R. J., Demuth, J. E. *Si(001) Dimer Structure Observed with Scanning Tunneling Microscopy.* Phys. Rev. Lett. **55**(12), 1303–1306 (1985)

[30] Wolkow, Robert A. *Direct Observation of an Increase in Buckled Dimers on Si(001) at Low Temperature.* Phys. Rev. Lett **68**(17), 2636–2639 (1992)

[31] Shigekawa, H., Hata, K., Miyake, K., Ishida, M., Ozawa, S. *Origin of the symmetric dimers in the Si(100) surface.* Phys. Rev. B **55**(26), 15448–15451 (1997)

[32] Tabata, Takeshi, Aruga, Tetsuya, Murata, Yoshitada. *Order disorder transition on Si(001): $c(4\times2)$ to (2×1).* Surface Science **179**, 63–70 (1987)

[33] Smith, A. R., Men, F. K., Chao, K.-J., Shih, C. K. *Variable low-temperature scanning tunneling microscopy study of Si(001): Nature of the $2\times1\rightarrow c(2\times4)$ phase transition.* J. Vac. Sci. Technol. B **14**(2), 914–917 (1996)

[34] Ono, Masanori, Kamoshida, A., Matsuura, N., Eguchi, T., Hasegawa, Y. *Dimer structure of the Si(001)2×1 surface observed by low-temperature scanning tunneling microscope.* Physica B **329–333**, 1644–1646 (2003)

[35] Ramstad, A., Brocks, G., Kelly, P. J. *Theoretical study of the Si(100) surface reconstruction* Phys. Rev. B **51**(20), 14504–14523 (1995)

[36] Inoue, K., Morikawa, Y., Terakura, K., Nakayama, M. *Order-disorder phase transition on the Si(001) surface: Critical role of dimer defects.* Phys. Rev. B **49**(20), 14774–14777 (1994)

[37] Hortamani, Mahboubeh. *Theory of Adsorption, Diffusion and Spinpolarization of Mn on Si(100) and Si(111) Substrates.* Disertační práce. Freie Universität Berlin, Faculty of Physik. Berlin 2006.

[38] Hata, K., Ishida, M., Miyake, K., Shigekawa, H. *Surface dynamics studied by perturbing the surface with the tip of a scanning tunneling microscope—Si(100) at 80 K.* Applied Physics Letters **73**(1), 40–42 (1998)

[39] Hamers, R. J., Köhler, U. K. *Determination of the local electronic structure of atomic-sized defects on Si(001) by tunneling spectroscopy.* J. Vac. Sci. Technol. A **7**(4), 2854–2859 (1989)

[40] Weinelt, M., Kutschera, M., Schmidt, R., Orth, C., Fauster, T., Rohlfing, M. *Electronic structure and electron dynamics at Si(100).* Appl. Phys. A **80**, 995–1003 (2005)

[41] Krüger, Peter, Pollmann, Johannes. *Dimer Reconstruction of Diamond, Si and Ge (001) Surfaces.* Phys. Rev. Lett. **74**(7), 1155–1158 (1995)

[42] Chadi, D. J. *Atomic and Electronic Structures of Reconstructed Si(100) Surfaces.* Phys. Rev. Lett. **43**(1), 43–47 (1979)

[43] Kirichenko, Taras A., Banerjee, Sanjay K., Hwang Gyeong S. *Mechanisms of monovacancy annihilation and type-A defect creation on Si(001)–2×1.* Surface Science **555**, 187–192 (2004)

[44] Schofield, S. R., Curson, N. J., O'Brien, J. L., Simmons, M. Y., Clark, R. G., Marks, N. A., Wilson, H. F., Brown, G. W., Hawley, M. E. *Split-off dimer defects on the Si(001)2×1 surface.* Phys. Rev. B **69**, 085312 (2004)

[45] Uchikawa, Michihiro, Ishida, Masahiko, Miyake, Koji, Hata, Kenji, Yoshizaki, Ryozo, Shigekawa, Hidemi. *Defect-induced Si(100) dimer buckling structures studied by scanning tunneling microscopy.* Surface Science **357–358**, 468–471 (1996)

[46] Martin, J. A., Savage, D. E., Moritz, W., Lagally, M. G. *Structure, Stability and Origin of* $(2 \times n)$ *Phases on Si(100).* Phys. Rev. Lett. **56**(18), 1936–1939 (1986)

[47] Men, Fu-Kwo, Smith, Arthur R., Chao, Kuo-Jen, Zhang, Zhenyu, Shih, Chih-Kang. *Dimer-vacancy–dimer-vacancy interaction on the Si(001) surface: The nature of the* $2 \times n$ *structure.* Phys. Rev. B **52**(12), R8650–R8653 (1995)

[48] Hossain, M. Z., Yamashita, Y., Mukai, K., Yoshinobu, J. *Model for* C *defect: The dissociative adsorption of a single water molecule on two adjacent dimers.* Phys. Rev. B **67**, 153307 (2003)

[49] Kocán, Pavel, Jurczyszyn, Leszek, Sobotík, Pavel, Ošťádal, Ivan. *Defects on the Si(100)-(2×1) surface: Anchoring sites of the surface polymerization reaction of In atoms.* Phys. Rev. B **77**, 113301 (2008)

[50] Nogami, J., Baski, A. A., Quate, C. F. *Aluminium on the Si(100) surface: Growth of the first monolayer.* Phys. Rev. B **44**(3), 1415–1418 (1991)

[51] Baski, A. A., Nogami, J., Quate, C. F. *Evolution of the Si(100)-*2×2*-In reconstruction.* J. Vac. Sci. Technol. A **9**(3), 1946–1950 (1991)

[52] Takeuchi, Noboru. *Adsorption of group III and group V metals on Si(001): One-dimensional versus two-dimensional growth.* Phys. Rev. B **63**, 035311 (2000)

[53] Zorn, Deborah D., Albao, Marvin A., Evans, J. W., Gordon, Mark S. *Binding and Diffusion of Al Adatoms and Dimers on the Si(100)-*2×1 *Reconstructed Surface: A Hybrid QM/MM Embedded Cluster Study.* J. Phys. Chem. C **113**(17), 7277–7289 (2009)

[54] Albao, Marvin A., Hsu, Chia-Hsiu, Putungan, Darwin B., Chuang, Feng-Chuan. *Room-temperature deposition of group III metals on Si(100): A comparative study of nucleation behavior.* Surface Science **604**, 396–403 (2010)

[55] Brocks, G., Kelly, P. J., Car, R. *Adsorption of Al on Si(100): A surface polymerization reaction.* Phys. Rev. Lett. **70**(18), 2786–2789 (1993)

[56] Rozbořil, Filip. *Studium mobility atomů kovů na povrchu Si(100) pomocí STM.* Diplomová práce. Univerzita Karlova v Praze, Matematicko-fyzikální fakulta. Praha 2012.

[57] Kučera, Michael. Nepublikované výsledky.

[58] Northrup, John E., Schabel, M. C., Karlsson, C. J., Uhrberg, R. I. G. *Structure of low-coverage phases of Al, Ga and In on Si(100).* Phys. Rev. B **44**(24), 13799–13802 (1991)

[59] Itoh, H., Itoh, J., Schmid, A., Ichinokawa, T. *Structure of low-coverage phases of Al on the Si(100) surface observed by scanning tunneling microscopy.* Phys. Rev. B **48**(19), 14663–14666 (1993)

[60] Zhu, C.X., Misawa, S., Tsukuhara, S., Kawazu, A., Pang, S.J. *Adsorption and growth of Al on Si(100) in the initial stage.* Appl. Phys. A **68**, 145–151 (1999)

[61] Brocks, G., Kelly, P. J., Car, R. *Aluminium on Si(100): Growth and structure of the first layer.* J. Vac. Sci. Technol. B **12**(4), 2705–2708 (1994)

[62] Itoh, H., Itoh, J., Schmid, A., Ichinokawa, T. *Temperature-depending growth and surface structures of low-coverage Al phases on Si(100) observed by scanning tunneling microscopy.* Surface Science **302**, 295–302 (1994)

[63] Yeom, H.W., Abukawa, T., Nakamura, M., Suzuki, S., Sato, S., Sakamoto, K., Sakamoto, T., Kono, S. *Initial stage growth of In and Al on a single-domain Si(001)*2×1 *surface.* Surface Science **341**, 328–334 (1995)

[64] Pieczyrak, Barbara. *Modyfikacje właściwości geometrycznych i elektronowych układów powierzchniowych i kontaktów metalicznych wywołane defektami strukturalnymi.* Disertační práce. Uniwersytet Wrocławski, Wydział Fizyki i Astronomii. Wrocław 2009.

[65] Setvín, M., Ošťádal, I., Pudl, J., Sobotík, P. *Aluminium Nanostructures on Si(100)*-2×1*: STM/STS Study.* WDS'09 Proceedings of Contributed Papers, Part III, 151–156 (2009)

[66] Feng, C.B., Ma, Z.Q., Li, Y.H., Hong, F. *Adsorption of Al on the Si(0 0 1) surface.* Physica B **403**, 2979–2986 (2008)

[67] Zhu, Changxin, Misawa, Shunji, Tsukuhara, Sonoko. *Initial stage of aluminium thin film growth on Si(100) surfaces as observed by scanning tunneling microscopy.* Surface Science **325**, 279–284 (1995)

[68] Nogami, J., Park, Sang-il, Quate, C. F. *Behavior of Ga on Si(100) as studied by scanning tunneling microscopy.* Appl. Phys. Lett. **53**(21), 2086–2088 (1988)

[69] Evans, M. M. R., Nogami, J. *Indium and gallium on Si(001): A closer look at the parallel dimer structure.* Phys. Rev. B **59**(11), 7644–7648 (1999)

[70] Baski, A. A., Quate, C. F., Nogami, J. *Tin-induced reconstructions of the Si(100) surface.* Phys. Rev. B **44**(20), 11167–11177 (1991)

[71] Glueckstein, J. C., Evans, M. M. R., Nogami, J. *Growth of Sn on Si(001) at room temperature.* Surface Science **415**, 80–94 (1998)

[72] Hata, K., Kimura, T., Ozawa, S., Shigekawa, H. *How to fabricate a defect free Si(001) surface.* J. Vac. Sci. Technol A **18**(4), 1933–1936 (2000)

Seznam obrázků

1.1 Schéma uspořádání STM měření 5
1.2 Piezoelektrický měnič v podobě trubičky 7

2.1 Atomární procesy při epitaxním růstu 10
2.2 Monomodální škálovací funkce 13
2.3 Změna monomodálního rozdělení na monotónně klesající 14

3.1 Povrch Si(100)1×1 16
3.2 Povrch Si(100)2×1 17
3.3 Rekonstrukce $c(4 \times 2)$ povrchu Si(100) 18
3.4 Rekonstrukce Si(100) v STM při teplotě 6 K 19
3.5 Defekty na povrchu Si(100) 19
3.6 C defekt na povrchu Si(100) 20

4.1 Možné adsorpční pozice hliníku na povrchu Si(100) 21
4.2 Plocha potenciální energie atomu Al na povrchu Si(100$c(4 \times 2)$ a možné dráhy přeskoků 22
4.3 Povrchová polymerizační reakce 23
4.4 Kolena v hliníkových řetízcích 24
4.5 Hliníkové řetízky na povrchu Si(100) v zobrazení prázdných a plných stavů v STM 25

5.1 Cínový řetízek na Si(100) v zobrazení STM 27
5.2 Růst cínového řetízku 27

6.1 Vakuové schéma aparatury 29
6.2 Nízkoteplotní UHV aparatura 30
6.3 Systém vypařovadel 31
6.4 Průběh chlazení 32
6.5 Vibrace prostředí 33

7.1 Pohled do vakuové komory 35
7.2 Výměna hrotu STM 36
7.3 STM snímek vzorku č. 4 37
7.4 STM snímek vzorku č. 3 38
7.5 STM snímek vzorku č. 3 po dalším žíhání 39
7.6 STM snímek vzorku č. 3 po žíhání s pomalým chladnutím 40
7.7 STM snímky vzorku č. 2 41
7.8 STM snímky vzorku č. 2 při teplotě $-110\,^{\circ}\mathrm{C}$ 42
7.9 STM snímek vzorku č. 2 po depozici Al 44
7.10 STM snímek vzorku č. 2 po depozici Sn (30 s) 45
7.11 STM snímek vzorku č. 2 po depozici Sn (3 s) 46
7.12 STM snímek vzorku č. 2 po depozici Sn (3 s) 46

8.1 Použití 2D FFT 49
8.2 Deformace STM obrazu vlivem teplotního driftu 50
8.3 Výpočet délky hran STM obrazu 51
8.4 Zpracování obrazu v editoru fotografií 51

8.5 Výsledky měření I 53
8.6 Výsledky měření II 54
8.7 Výsledky měření III 55
8.8 Výsledky měření IV 56
8.9 Škálované histogramy 57
8.10 Hliníkovo-křemíkový řetízek 57

Seznam tabulek

4.1 Přehled aktivačních energií povrchové migrace Al na Si(100) . . . 22

8.1 Přehled výsledků měření Al na Si(100) 52

Seznam použitých zkratek

- 1D – jednorozměrný
- 2D – dvourozměrný
- CITS – Current-Imaging Tunneling Spectroscopy (tunelová spektroskopie ve zobrazení proudu)
- DFT – Density Functional Theory (teorie funkcionálu hustoty)
- DLA – Diffusion-Limited Aggregation (shlukování omezené difuzí)
- FFT – rychlá Fourierova transformace
- KMC – kinetické Monte Carlo (simulace)
- LDOS – lokální hustota stavů
- LEED – difrakce nízkoenergetických elektronů
- ML – monovrstva
- RT – pokojová teplota
- SPM – mikroskop s rastrující sondou v blízkém poli
- STM – skenovací tunelový mikroskop
- STS – skenovací tunelová spektroskopie
- UHV – ultra vysoké vakuum

Přílohy

1 Elektromagnetické ovládání clon vypařovadel

Nová UHV aparatura obsahuje dvojici směrových vypařovadel namířených na povrch vzorku umístěného v STM hlavě. Vypařovadla mohou být zacloněna dvojicí nezávislých magnetických clon, které jsou ovládány elektromagnety na krku aparatury. V rámci diplomové práce byl vytvořen ovládací systém elektromagnetů sestávající z napájecího obvodu a počítačového programu.

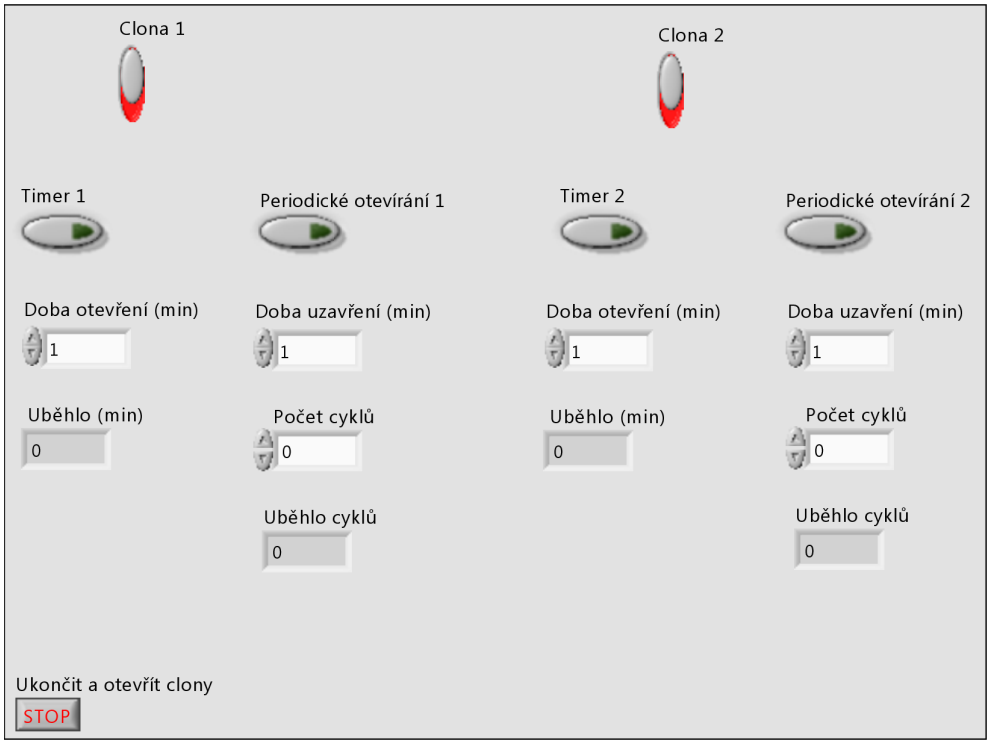
1.1 Ovládací program

Ovládací program byl vytvořen v prostředí LabView 2012 a umožňuje nezávisle ovládat obě clony přepínáním logické úrovně na dvou bitech výstupního digitálního portu převodníku Advantech USB-4716.

Přední panel

Přední panel je na obrázku P1.1. Nacházejí se na něm dvě sady ovládacích prvků, jedna pro každou clonu. Funkce obou jsou totožné.

Horní přepínač umožňuje otevření a uzavření clony, aktuální stav je indiko-



Obrázek P1.1: Přední panel ovládacího programu elektromagnetů.

ván barvou přepínače – zelená znamená otevřenou clonu, červená uzavřenou. Pod ním se nacházejí spínače sloužící k jednorázovému otevření clony po určenou dobu, nebo periodickému otevírání a zavírání. Tyto funkce nemohou být spuštěny současně, spuštění jedné automaticky uvede spínač druhé do neaktivního stavu.

Přepínač clony je stále aktivní, ale při běhu funkce v podstatě nereaguje na ruční ovládání, protože je neustále aktualizován jeho stav.

Doba otevření clony se nastavuje v minutách (jako reálné číslo) v příslušném formuláři, který je společný pro obě funkce. Pro periodické otevírání je třeba nastavit dobu uzavření clony rovněž v minutách a počet cyklů. Jeden cyklus sestává z uzavření clony a následného otevření po určenou dobu. Údaje ve všech formulářích lze měnit i během probíhajícího otevření či periodického otevírání clony.

Při jednorázovém otevření clony je aktivní indikátor uplynulého času (v minutách). Při periodickém otevírání je aktivní indikátor počtu proběhlých cyklů.

Po doběhnutí nastavené doby otevírání je clona uzavřena, při ručním vypnutí spínačů zůstává v aktuálním stavu. V obou případech jsou resetovány měřiče času a otevírání lze znovu spustit, nicméně nelze pokračovat v přerušeném běhu.

Program je vhodné vypínat tlačítkem STOP, které zajistí otevření obou clon. Při vypnutí jiným způsobem zůstanou výstupní bity převodníku na aktuální hodnotě.

Diagram programu

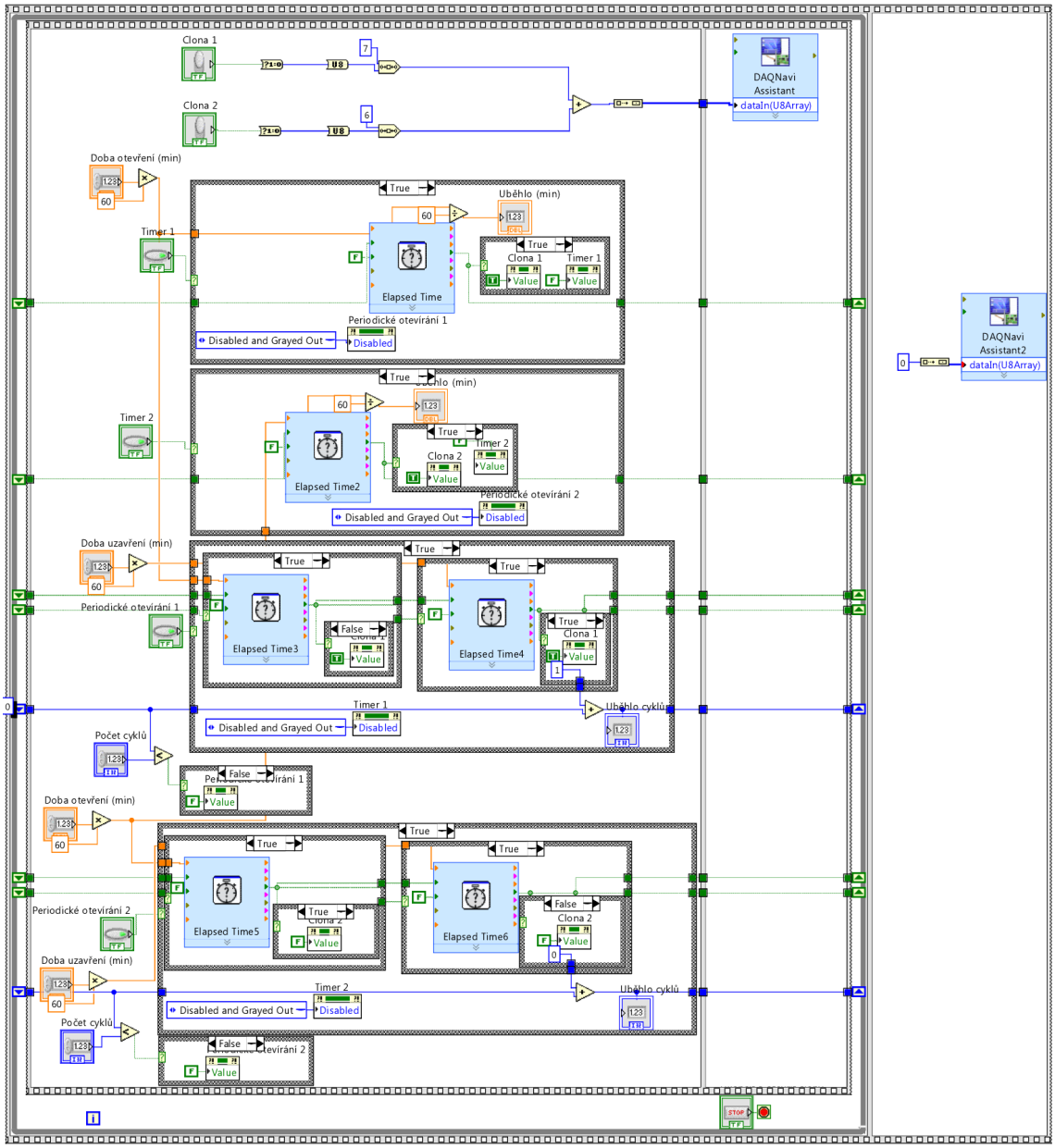
Diagram programu je na obrázku P1.2.

Základní strukturou programu je *flat sequence* uzavřená v cyklu *while*. V prvním poli sekvence je rozhodnuto, v jakém stavu se mají clony nacházet, následně je příslušná logická úroveň zapsána na výstupní port převodníku Advantech USB-4716. Cyklus nemá ukončovací podmínku a lze ho přerušit pouze tlačítkem STOP, které v podstatě ukončuje program. Cyklus je první částí sekvence, v její druhé části je na převodník poslána hodnota 0, která otevře obě clony a program doběhne.

K ovládání clon se používá logická úroveň booleovských přepínačů označených jako *Clona*. Ta je převedena na celé číslo, posunuta o 6 nebo o 7 bitů (aby se výstup objevil na správných bitech převodníku), následně jsou obě čísla sečtena a ve formě pole předána DAQNavi Assistentu, který zajišťuje komunikaci s převodníkem.

Program dál obsahuje identické *case* struktury pro obě clony. První z nich ovládá otevření clony po určitou dobu. Při sepnutí přepínače *Timer* začíná běžet časovač, který dává logickou 0, pokud ještě neuběhl nastavený čas, a 1, pokud uběhl. Tato úroveň řídí vnořenou *case* strukturu, která ovládá hodnoty přepínačů *Clona* a *Timer*. Po doběhnutí časovače je clona uzavřena a *Timer* vypnut. Clona přestává být řízena úrovní časovače a do dalšího běhu cyklu se posílá logická 1, která při příštím sepnutí *Timeru* resetuje časovač.

Řízení periodického otevírání vychází ze stejného principu, je ale poněkud složitější. Hodnotu přepínače *Clona* řídí dva časovače, jeden pro dobu otevření clony, druhý pro dobu uzavření. Oba jsou uzavřeny v *case* strukturách, z nichž vždy jedna má úroveň *true* a druhá *false*. Podmínky *case* struktur jsou řízeny výstupy časovačů. Po doběhnutí jednoho z nich je resetován a aktivován druhý, po dobu jeho běhu je deaktivován první. Při opětovném uzavření clony je o 1 zvýšen indikátor počtu proběhlých cyklů, který je porovnáván s nastaveným počtem cyklů a při dosažení rovnosti nastaví přepínač *Periodické otevírání* na hodnotu *false*, čímž ukončí řízení úrovně *Clony* pomocí časovačů. Při opětovném spuštění periodického otevírání jsou časovače resetovány a počet proběhlých cyklů nastaven na 0.



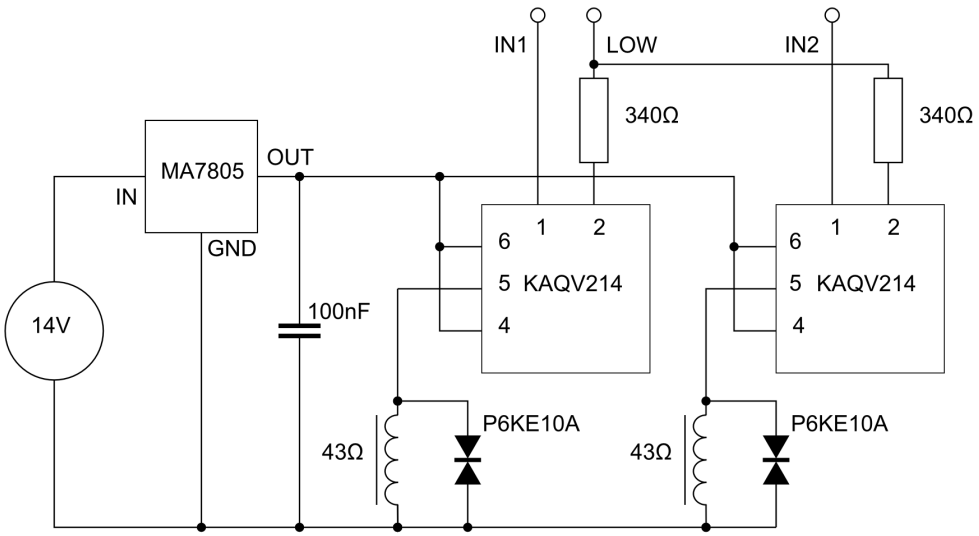
Obrázek P1.2: Diagram ovládacího programu elektromagnetů.

Současnému spuštění *Timeru* a *Periodického otevírání* jedné clony brání použití *property node*, které řídí aktivitu přepínačů a při spuštění jednoho deaktivují druhý.

1.2 Napájecí obvod

Schéma napájecího obvodu je na obrázku P1.3. Obvod je napájen z elektrické sítě pomocí jednoduchého zdroje sestávajícího z transformátoru a dvoucestného usměrňovače, který dodává efektivní napětí 14 V. Toto napětí je vedeno na vstup stabilizátoru MA7805, který má na svém výstupu 5 V. Mezi výstup stabilizátoru a zem je vložen filtrační kondenzátor o kapacitě 100 nF. Stabilizátor je umístěn na chladiči , aby se předešlo jeho přehřívání.

Ke spínání napětí na elektromagnetech slouží dva optočleny KAQV214. Pro



Obrázek P1.3: Schéma napájecího obvodu elektromagnetů.

snížení jejich odporu jsou zapojeny vstupy 4 i 6. Samotné cívky mají odpor 43 Ω a při sepnutí je na nich napětí 4,5 V, proud cívkami je tedy 0,1 A. Paralelně k cívkám jsou řazeny tranzily P6KE10A, které chrání obvod před špičkami napětí při vypnutí elekromagnetů.

Spínání optočlenů je řízeno logickou úrovní na dvou výstupních bitech převodníku Advantech USB-4716. Logická úroveň je vedena na vstup 1, na vstup 2 je připojena digitální zem. Pro zajištění správné hodnoty proudu optočlenem je za každý zařazen rezistor o velikosti 340 Ω.

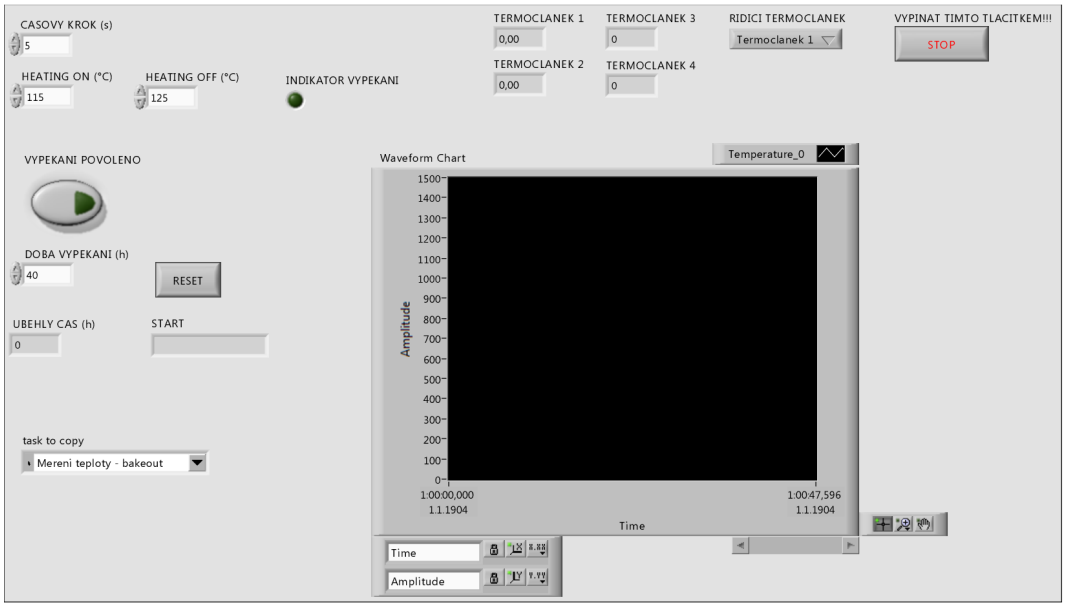
2 Řídicí program pro vypékání aparatury

Řídicí program pro vypékání aparatury byl vytvořen v prostředí LabView 2012. Umožňuje měření a záznam teploty pomocí až čtyř termočlánků a spínání radiátorů dle teploty jednoho z nich. Měření teploty zajišťuje přístroj National Instruments USB-9162 a spínání je řízeno logickou úrovní na jednom bitu digitálního výstupního portu převodníku Advantech USB-4716. Program pracuje jako dvoustavový regulátor, který vypíná žhavení při překročení horní meze teploty a zapíná ho, pokud teplota poklesne pod dolní mez. Mezi dvěma měřeními teploty je volitelný časový krok, aby se teplota mohla ustálit a nedocházelo k neustálému přepínání spínačů ve vypékacím obvodu. Lze nastavit dobu vypékání, po jejím dosažení je regulace ukončena, ale teplota se dál zaznamenává.

Program byl úspěšně testován při vypékání starší UHV aparatury. V budoucnu bude upraven tak, aby každý z termočlánků nezávisle ovládal část vypékacího systému.

Přední panel

Přední panel je na obrázku P2.1. Nejvýraznějším prvkem je graf, do kterého je vynášena časová závislost teploty na termočláncích. Dále se zde nachází řada kontrolních formulářů a indikátorů:



Obrázek P2.1: Přední panel ovládacího programu vypékání aparatury.

- Časový krok – určuje prodlevu mezi dvěma následnými měřeními teploty (v sekundách).
- Heating on – dolní mez teplotního intervalu.
- Heating off – horní mez teplotního intervalu.
- Indikátor vypékání – kontrolka indikující, zda jsou radioátory zapnuty.
- Vypékání povoleno – hlavní spínač, který musí být zapnutý, aby probíhala regulace teploty. Jeho vypnutím lze vypékání kdykoliv přerušit, časovač kontrolující dobu vypékání ale běží dál.
- Doba vypékání – nastavuje cílový čas vypékání aparatury (v hodinách).
- tlačítko Reset – resetuje časovač kontrolující dobu vypékání.
- Uběhlý čas – uplynulý čas od počátku vypékání (v hodinách, ve skutečnosti jde o uplynulý čas od spuštění programu nebo od posledního resetu časovače).
- Start – datum a čas počátku vypékání (resp. posledního resetu).
- Task to copy – název úkolu připraveného v prostředí NI MAX, který bude vypékací program provádět. Jde o nastavení měření teploty, počet a typ termočlánků.
- Termočlánek 1 – 4 – teplota na termočláncích při posledním měření.
- Řídicí termočlánek – vybírá, podle kterého termočlánku se bude spínat žhavení.
- tlačítko Stop – ukončuje program. Před ukončením je na převodník poslána 0. Pokud by došlo k ukončení programu jiným způsobem, zůstává na převodníku aktuální hodnota a není zaručeno, že vypékání přestane.

Diagram programu

Diagram programu je na obrázku P2.2.

Srdcem programu je cyklus *while* a v něm uzavřená *flat sequence* a časovač. Před jeho spuštením proběhnou funkce výběru výstupního souboru (v případě odmítnutí je program ukončen funkcí STOP), soubor je otevřen k zápisu a kurzor umístěn na jeho konec. Také je připraveno měření teploty – úkol vytvořený v programu NI MAX je načten z formuláře Task to copy a inicializován. Poté se spouští cyklus *while*.

V prvním poli sekvence program provádí celou řadu úkonů. V první řadě je provedeno měření teploty, která se ukládá jako datový typ *waveform*[1]. Data jsou vedena jednak do grafu, jednak převedena na typ *cluster*, který je následně rozdělen a tak jsou izolována data z jednotlivých termočlánků. Datový typ *waveform* je převeden na pole hodnot, z pole je podprogramem vybrána poslední položka a ta je vedena do indikátorů, k zápisu do souboru a do selektorů, které ze čtyř hodnot vybírají tu z řídicího termočlánku. Selektory jsou řízeny *case* strukturou, která obsahuje pro každý selektor jednu logickou hodnotu podle toho, který termočlánek je nastaven jako řídicí. Před zápisem do výstupního souboru je z údajů na termočláncích vytvořen podprogramem řetězec, ke kterému je připojeno datum a čas měření. Zapisuje se pak celý řádek najednou.

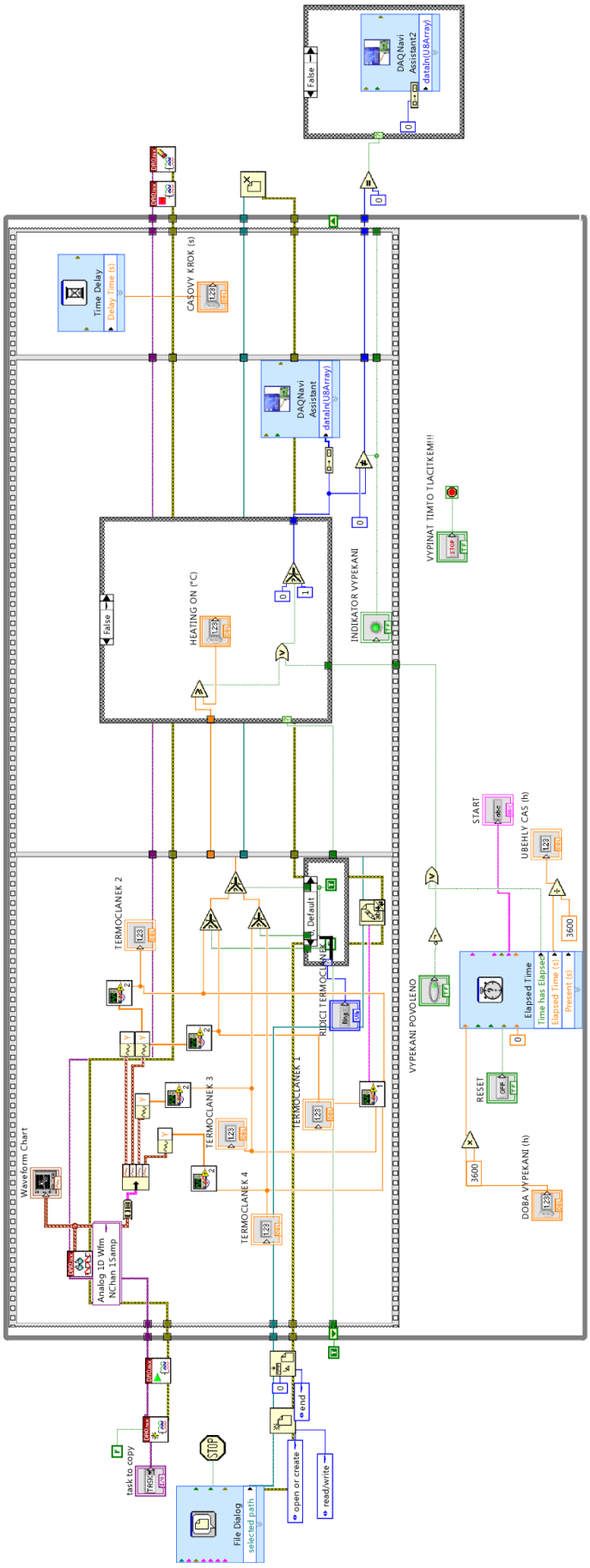
Ve druhém poli je vyhodnoceno měření teploty a na převodník poslána příslušná hodnota. K rozhodování slouží *case* struktura, jejíž vstupní podmínka říká, jestli je žhavení aktuálně zapnuto, nebo ne. Pokud ano, srovnává se teplota na řídícím termočlánku s nastavenou horní mezí teplotního intervalu. Logická úroveň komparátoru je sečtena s hodnotou popisující stav ostatních podmínek vypékání (sepnutý hlavní spínač a vypékání běží kratší dobu, než bylo nastaveno), a pokud je teplota překročena, nebo nejsou podmínky splněny, je do DAQNavi Assistentu komunikujícího s převodníkem poslána 0. Pokud je žhavení vypnuto, srovnává se teplota s nastavenou dolní mezí, a při poklesu pod ni a splnění ostatních podmínek je na převodník poslána 1. Hodnota poslaná na převodník se srovnává s 0 a výsledek této operace řídí indikátor vypékání a v příštím průběhu rozhoduje o stavu *case* struktury v tomto poli.

Ve třetím sekvence je pouze funkce zajišťující časové zpoždění po určenou dobu.

Mimo sekvenci stojí časovač s formuláři nastavení cílové doby vypékání, tlačítkem Reset a ukazateli začátku vypékání a uplynulé doby a hlavní spínač. Logická úroveň výstupu časovače je sečtena s negací úrovně spínače, čímž je zajištěno, že se žhavení vypne po uplynutí nastavené doby nebo při vypnutí spínače.

Cyklus nemá ukončovací podmínku, pouze ukončovací tlačítko Stop. Po jeho skončení je ukončen úkol měření, zavřen výstupní soubor a provedena kontrola, jestli je na převodníku aktuálně 0 (tzn. vypnuté vypékání). Pokud ne, je 0 na převodník nastavena.

[1] *Waveform* je speciální datový typ používaný v prostředí LabView který obsahuje naměřené hodnoty, čas počátku měření a časový interval mezi dvěma měřeními. Data ve formátu *waveform* lze snadno zobrazovat v grafu v reálném čase.



Obrázek P2.2: Diagram ovládacího programu vypékání aparatury.