

Vekst av BaSnO med Pulset Laser Deponering

Kjetil Valset

Master i elektronikk
Oppgaven levert: August 2007
Hovedveileder: Thomas Tybell, IET

Oppgavetekst

I denne oppgaven skal vekst av BaSnO₃ på SrTiO₃ med Pulset Laser Deponering undersøkes. Målet er å skape forståelse for hvordan vekstparametrene påvirker vekst, med spesiell vekt på fasesammensetting til materialet. Videre skal paramterer som gir step-terrace struktur kartlegges. Filmene skal undersøkes primært med hjelp av røntgendiffraksjon og atomic force microscope, men også ion- og elektron- stråle baserte teknikker skal benyttes.

Oppgaven gitt: 31. januar 2007

Hovedveileder: Thomas Tybell, IET

Sammendrag

I denne Masteroppgaven ble det dannet filmer av BaSnO på substrat av STO og Nb:STO. Filmene ble grodd i serier der parametrene som ble endret var laserfrekvens, lasereffekt (ved 2Hz og 10Hz) og temperaturen til substratet (ved 2Hz og 10Hz). Tykkelsen til de fleste filmene som ble deponert var mellom 200nm-350nm.

For substrattemperaturer mellom 500°C-700°C ble det dannet filmer i hva som sannsynligvis er Ruddlesden Popper serien med en maksimal n kalkulert til å være 169 basert på satellittopper funnet i θ -2 θ målinger. For filmer med substrattemperaturer i dette området ble det funnet en lineær sammenheng mellom deponeringsraten i Å per sekund og n i Ruddlesden Popper serien.

Det ble funnet at den laveste temperaturen som en krystallinsk film kan bli dannet på minker når laserfrekvensen reduseres. Ved en laserfrekvens på 2Hz ble det dannet krystallinske filmer ned mot substrattemperaturer på 450°C. Ingen filmer ble forsøkt dannet under denne temperaturen og 450°C danner derfor ikke ingen nedre grense for vekst av krystallinske filmer av BaSnO.

XPS målinger av filmene i laserfrekvensserien viser et fallende Ba/Sn forhold når høyden på lagene i filmene øker, i samsvar med hva man forventer i Ruddlesden Popper serien. Det ble også foretatt SIMS målinger av 3 filmer i laserfrekvensserien som avslørte at forholdet mellom Ba og Sn er stabilt igjennom hele filmen. SIMS målingene avslørte også Strontium forurensninger i ildematerialet og i filmene.

For filmer med substrattemperaturer rundt 780°C ble satellittoppene svakere, muligens på grunn av en overgang fra 2D vekst til 3D vekst. Når laserenergien ved denne temperaturen ble senket ble det dannet filmer av hva som mest sannsynlig er 113 fasen til BaSnO.

Det ble foretatt lekkasjestrømmålinger av en film i Ruddlesden Popper serien og lekkasjestrømmer på 1 A/cm² ble funnet. Det ble også foretatt annealing ved 400°C og 800°C på en av filmene. Dette reduserte intensiteten til satellittoppene i θ -2 θ målingene litt da Ruddlesden Popper enhetscellene da går fra å stå ut av planet til å ligge i planet på filmen.

Innhold	Side
1 Formål/innledning.....	5
2 Oppbygning og vekst av Oksider.....	7
2.1 Oppbygning av oksider.....	7
2.1.1 Perovskit struktur	
2.1.2 Ruddlesden Popper serien	
2.2 Defekter i perovskite materialer.....	11
2.2.1 Oksygen mangel/overskudd	
2.2.2 Tilting i Perovskite materialer	
2.2.3 Tilting i Ruddlesden Popper serien	
3 Deponering av oksider.....	13
3.1 Vekstmoder under epitaksiell vekst.....	13
3.2 Diffusjon på overflaten på film.....	14
3.3 Eptaksiell vekst av Ruddlesden Popper enhetsceller.....	15
4 Utstyr og målinger.....	16
4.1 Pulset Laser Deponering.....	16
4.1.1 PLD oppbygning	
4.1.2 Plasmaky	
4.1.3 Oksygentrykk i vakuumkammer	
4.1.4 Laserparametere	
4.1.5 RHEED	
4.2 Røntgendiffraksjon.....	21
4.2.1 θ -2 θ målinger	
4.2.2 Reciprocal Space Mapping(RSM)	
4.2.3 Diffraksjon fra supergitter	
4.2.4 Rockingcurve målinger	
4.3 Atomic Force Microscope.....	25
4.4 Elektriske malinger.....	26
4.5 X-ray Photoelectron Spectroscopy.....	27
4.6 Secondary Ion Mass Spectroscopy.....	28
4.7 Materialparametere.....	29
4.7.1 $BaSnO_3$	
4.7.2 $BaSnO$ derivater	
4.7.3 STO_3 og $Nb:STO_3$	
4.7.4 Strain i $BaSnO$	
4.8 Målinger.....	30
4.8.1 Røntgendiffraksjonsmålinger	
4.8.2 AFM bilder	
4.8.3 Elektriske målinger	
4.8.4 XPS målinger	
4.8.5 SIMS målinger	
4.9 Deponeringsparameter.....	31
4.9.1 Serier	
4.9.2 Deponeringsparametere og målinger	

5 Resultat/diskusjon.....	34
5.1 Laserfrekvensserie.....	34
5.1.1 θ -2 θ målinger	
5.1.2 Vekst av 20Hz og 25Hz filmer	
5.1.3 RSM målinger av filmer dannet ved forskjellig laserfrekvens	
5.1.4 Periodisiteten til fringe pattern	
5.1.5 Sammenheng mellom lambda og frekvens	
5.1.6 AFM bilder	
5.1.7 XPS data fra laserfrekvensserien	
5.1.8 SIMS data fra frekvensserien	
5.1.9 Diskusjon til serien med filmer dannet ved forskjellig laserfrekvens	
5.2 Temperaturserie.....	55
5.2.1 θ -2 θ målinger	
5.2.2 Data fra temperaturserien	
5.2.3 AFM bilder	
5.2.4 Diskusjon til temperaturserien	
5.3 Lasereffektserie.....	62
5.3.1 θ -2 θ målinger	
5.3.2 Måling av filmtykkelse basert på size effects	
5.3.3 Data fra lasereffektserien	
5.3.4 AFM bilder	
5.3.5 Diskusjon til serien med forskjellig lasereffekt	
5.4 Temperatur/Lasereffekt serie med laserfrekvens på 2Hz.....	72
5.4.1 θ -2 θ målinger ved forskjellig temperatur	
5.4.2 θ -2 θ målinger ved forskjellig lasereffekt	
5.4.3 Periodisitet til fringe patterns	
5.4.4 Data fra lasereffekt/temperaturserien	
5.4.5 AFM bilder	
5.4.6 Diskusjon til temperatur/lasereffekt serie ved laserfrekvens på 2Hz	
5.5 Analyse av deponering av Ruddlesden Popper serien.....	82
5.5.1 Beregning av n i Ruddlesden Popper serien	
5.5.2 Deponeringsrater i laserfrekvensserien og lasereffektserien	
5.5.3 Analyse av deponeringen	
5.6 RHEED målinger.....	88
5.6.1 Vurdering av deponeringsrate basert på RHEED	
5.6.2 RHEED målinger av lange oscillasjoner	
5.6.3 RHEED bilder	
5.6.4 Diskusjon til RHEED målinger	
5.7 Oksygen mangel/overskudd i filmer.....	94
5.7.1 Annealing av film P70308	
5.7.2 Diskusjon til oksygen mangel/overskudd	
5.8 Kapasitans- og lekkasjestrømmålinger.....	96
5.8.1 Lekkasjestrømmålinger	
5.8.2 Kapasitansmålinger	
5.8.3 Resistansmålinger	
5.8.4 Diskusjon til Kapasitans- og lekkasjestrømmålinger	
6 Konklusjon.....	100

1 Formål/innledning

Oksider har mange anvendelser innen elektronikken på grunn av deres dielektriske og ferro-elektriske/magnetiske egenskaper. Små støkiometriske endringer i oksider som oppbygning i forskjellige faser kan ha store innvirkninger på de dielektriske og resistive egenskapene, samt ferro-elektriske/magnetiske egenskaper.

Formålet med denne oppgaven er å undersøke hvordan deponeringsparametere påvirker dannelsen av oksider av BaSnO. Det vil bli vektlagt hvordan deponeringsparametrene vil kunne påvirke hvilke faser av BaSnO som blir dannet. Det vil spesielt bli fokusert på muligheter for dannelse av 113 fasen til BaSnO og faser i Ruddlesden Popper serien. For Ruddlesden Popper serien vil det spesielt bli vektlagt muligheter for å kontrollere verdien av n i denne serien.

Deponeringen av oksidet skal foregå ved hjelp av Pulset Laser Deponering (PLD) og de støkiometriske egenskapene til BaSnO vil bli kartlagt ved hjelp av røtgendiffraksjon, atomic force microscope, x-ray photoelectron spectroscopy og secondary ion mass spectroscopy.

BaSnO har anvendelser innen sensorteknologi ved å inngå i en kombinasjon med silisium[4]. Dersom BaSnO inngår i ett supergitter av BaTiO samt ett tredje oksid kan man kunne detektere en self poling effekt forespeilet av Na Sai og medforfattere i en artikkel i Physical Review Letter[22].

Denne oppgaven er oppbygd i kapittel med forskjellig fokus:

Kapittel 2 beskriver generelt oppbygningen av forskjellige faser i oksider, samt defekter som kan oppstå i disse.

Kapittel 3 fokuserer på den epitaksielle veksten av oksidene.

Kapittel 4 fokuserer på utstyret som benyttes og beskriver målemetodene som er benyttet.

Kapittel 5 tar for seg resultatene som er oppnådd og diskuterer disse.

Kapittel 6 inneholder en konklusjon basert på resultatene som er oppnådd i denne oppgaven.

2 Oppbygning og vekst av Oksider

2.1 Oppbygning av oksider

2.1.1 Perovskit struktur

Oksid er betegnelsen på materialer der oksygenatomer inngår i en kombinasjon med metallatomer. I denne oppgaven blir filmer av oksid dannet der oksygenatom inngår i en kombinasjon med Barium- og Tinn-atomer. Betegnelsen på dette materialet er Barium Tinn Oksid og er oppbygd i en perovskit struktur som vist i figur 2.1.1. Denne strukturen betegnes med formelen ABO_3 , der A betegner atomet i midten av enhetscellen i fig 2.1.1 (rødt atom), B betegner atomet i hjørnene i enhetscellen (blått atom). De gjenværende atomene er oksygenatomer og betegnes med O (gule atom). Atomene med plassering i A er kationer med en ladning mellom +1 og +3, mens atomene med plassering i B er kationer med en ladning mellom +3 og +6[1]. Atomene med plassering i O er oksygen anioner med en ladning på -2. I denne enhetscellen vil a betegne lengden på enhetscellen i [100] retningen, b betegner lengden på enhetscellen i [010] retningen og c betegner lengden på enhetscellen i [001] retning.

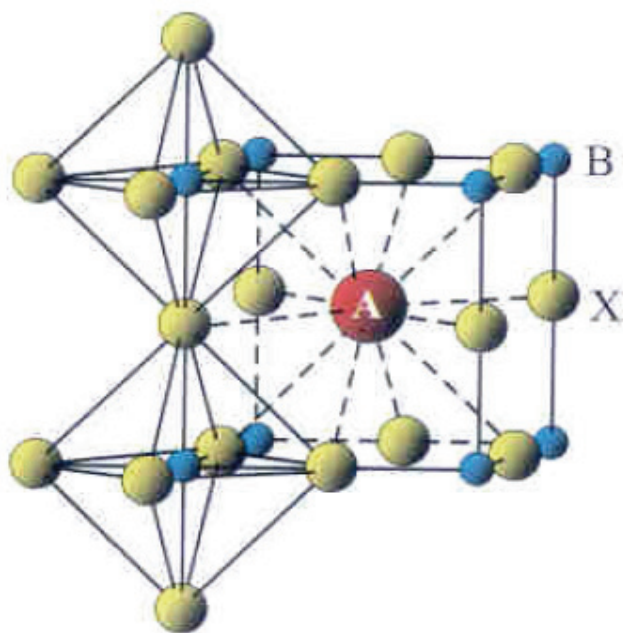


Fig 2.1.1: Ideell ABO_3 struktur. 6 oksygenatom danner sammen en octahedral struktur med ett atom plassert i B i sentrum av octahedralet[2]

I enhetscellen i figur 2.1.1 er alle sidene like lange og er derfor en kubisk enhetscelle. Ved siden av forskjellen i ladning mellom atomene plassert i A og B, vil atomene plassert i A være større en atomene plassert i B[2]. En oppbygning lik den i figur 2.1.1 vil bli referert til som 113 fasen til oksidet.

Figur 2.1.2 viser hvordan atomene i en ABO_3 er ordnet i materialet

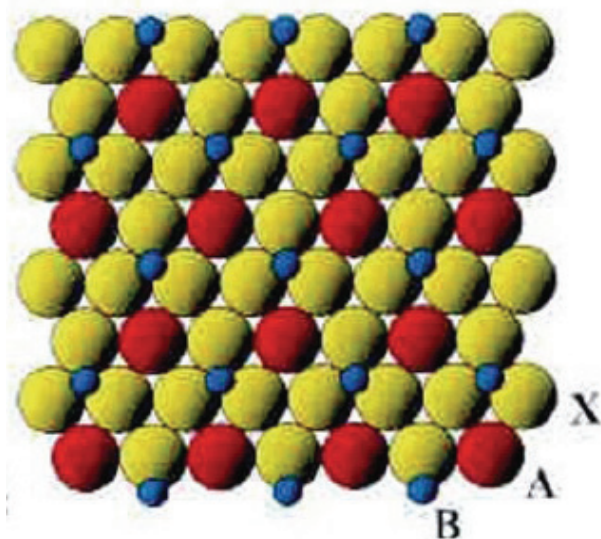


Fig 2.1.2: Ordningen av ABO_3 i materialet. Atomene plassert i B(blå atom) er plassert over atomene plassert i A(Røde atom) og O(gule atom)[2].

2.1.2 Ruddlesden Popper serien

Oksider kan også ha en oppbygning med en annen sammensetning enn 113 fasen og disse kan deles inn i 5 forskjellige grupper[2]:

- (1) $A_{n+1}B_nX_{3n+1}$ eller $A'_2[A_{n+1}B_nX_{3n+1}]$, kalles Ruddlesden-Popper serien, med en stabling parallell til $\{001\}$.
- (2) $A'[A_{n-1}B_nX_{3n+1}]$ kalles Dion-Jacobsen serien med oppbygning parallell til $\{001\}$
- (3) $(Bi_2O_2)[A_{n+1}B_nX_{3n+1}]$ kalles Aurivillius faser og har stabling parallell til $\{001\}$
- (4) $A_nB_nX_{3n+2}$ med stabling parallell til $\{110\}$.
- (5) $A_{n+1}B_nX_{3n+3}$ med stabling parallell til $\{111\}$.

Ruddlesden Popper serien er konstruert ved å flytte octahedralene i planet på enhetscellen med en distanse lik $(a+b)/2$. Ett heltall "n" benyttes for å beskrive hvor mange perovskite enhetsceller det er i hvert lag som er forskjøvet. Mellom octahedralene er det plassert en ekstra AO-enhet bestående av ett kation av type A og ett ekstra O anion i en rock-salt binding[23].

Strontium titan oksid(STO) er det materialet som Ruddlesden Popper serien først ble observert i og er dermed godt beskrevet. I figur 2.1.3 er Ruddlesden Popper serien for STO med $n=1$ til $n=5$ samt $n=\infty$ vist. Av figur 2.1.3 ser man at når n går mot ∞ vil oppbygningen bli lik 113 fasen som vist i figur 2.1.1.

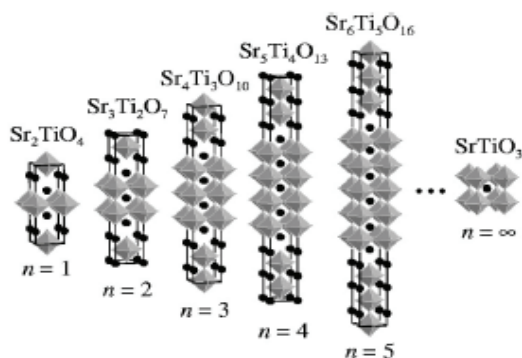


Fig 2.1.3: Ruddlesden Popper serie til STO med $n=1$ til $n=5$. Sirkler = Sr atomer, Ti atomer = senter i octahedralene og oksygen atomer er plassert i hjørnene på octahedralene.[3]

Forskyvningen i planet for STO($= (a+b)/2$) er 2.76Å. En A0 enhet i STO vil bestå av ett strontiumatom og ett oksygenatom og hver A0 enhet i STO vil generere en avstand mellom octahedralene på 2.53Å[2].

Tabell 2.1.1 viser differansen i lengden av enhetscellen i [001] retning (betegnes her som RP høyde) etter hvert som n i Ruddlesden Popper serien øker. Ved Ruddlesden Popper serien i denne oppgaven vil c-aksen benyttes for å betegne høyden på de perovskite enhetscellene (som vist i figur 2.1.1) som eksisterer i Ruddlesden Popper enhetscellen.

Tabell 2.1.1: Målte verdier for lambda for STO med n=1 til 5[3]

n	Permittivity*	RP høyde[Å]**	Differanse i høyde[Å]***
∞	230	3.905	
1	-	12.46 ± 0.02	8.56
2	37	20.35 ± 0.05	7.89
3	-	28.1 ± 0.2	7.75
4	-	35.6 ± 0.2	7.5
5	100	43.5 ± 1	7.9

*Verdier hentet fra [23] og gjelder ved romtemperatur og nær 3GHz.

**Verdier hentet fra [3].

***Verdiene sikter til økningen i RP høyden ved økning i n.

- = ingen data.

Verdiene for RP høyde i tabell 2.1.1 er basert på XRD målinger og man ser at økningen i RP høyden er omtrent 7.75\AA når n øker med 1. Denne økningen er omtrent den samme for n=1 til n=5 og man kan derfor forvente at denne økningen er omtrent den samme for n høyere enn 5. Det er dermed mulig å estimere n i en Ruddlesden Popper serie i STO der RP høyden er kjent. Man kan også forvente at dette gjelder for andre perovskite materialer der RP høyden er kjent.

Figur 2.1.4 viser ett Transmission Electron Microscope (TEM) bilde av STO med n=1 til n=5. På TEM bildet kan man se den krystallinske oppbygningen i Ruddlesden Popper serien og basert på en slik måling kan man anslå RP høyden ved forskjellig n. Basert på TEM målinger av filmer som inneholder flere n har man også her funnet en nesten lineær sammenheng mellom RP høyden og n fra n=1 til n=25[24].

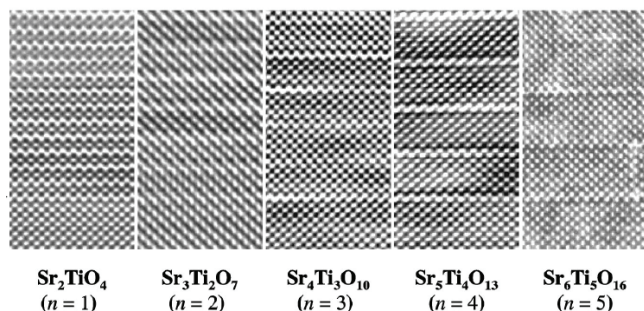


Fig 2.1.4: TEM bilde av filmer av STO med n fra 1 til 5[3]

Den dielektriske konstanten kan også forandre seg i Ruddlesden Popper serien når n forandres som vist i tabell 2.1.1. Tabellen viser at permittiviteten øker når n i Ruddlesden Popper serien øker. Maksimum i permittivitet får man når $n=\infty$ (113 fasen).

2.2 Defekter i perovskite materialer

2.2.1 Oksygen mangel/overskudd

Oksygen *mangel/overskudd* vil kunne generere kationer/anioner i oksidet som kan endre de elektriske egenskapene. Oksider med oksygen mangel/overskudd kan også endre verdien til c-aksen etter hvert som oksygen innholdet i oksidet endres[2].

Oksygen mangel i Ruddlesden Popper serien betegnes ved $A_{n+1}B_nO_{3n+1-\delta}$ der en økende δ innebærer ett minkende oksygeninnhold. Dersom δ er negativ vil vi få ekstra oksygen i oksidet, hvilket betegnes som oksygen overskudd.

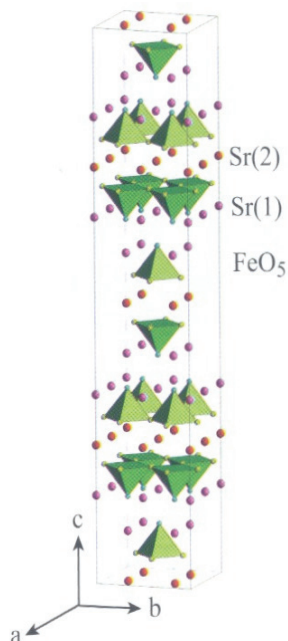


Fig 2.2.1: Oksygen mangel i Ruddlesden Popper serien (vist for $Sr_3Fe_2^{3+}O_6$)[2].

Oksygen mangel for $\delta=1$ er illustrert i figur 2.2.1. Oksygenatomet som forbinder octahedralene i figur 2.2.1 mangler og for å illustrere dette er octahedralene derfor byttet ut med pyramidestrukturer.

2.2.2 Tilting i Perovskite materialer

Begrepet tilting benyttes for å betegne vridninger av octahedralene i perovskite oksider (se vedlegg 1). Ett kubisk perovskit kan betegnes ved fravær av tilting (betegnes $a^0 a^0 a^0$). Dersom det oppstår tilting i dette perovskitet vil symmetrien bli redusert og dette vil påvirke røntgenmålinger av gitterparametere i planet ($[100]$) og ut av planet ($[001]$) på oksidet.

Årsaken til tilting kan være defekter i form av urenheter i oksidet (atom av type A er byttet ut) eller faseoverganger [2]. Tiltingen skjer ved at atomdistansen i enhetscellen endres som følge av endringer av trykk eller temperaturen, eller ved at størrelsen på atomet plassert i A endres sammenlignet med atomet plassert i O. Dersom atomdistansen er for liten til å opprettholde octahedralen i figur 2.1.1 vil aksene i enhetscellen bli tiltet mot hverandre. 12 fold symmetrien som man før hadde i den kubiske enhetscellen vil dermed bli redusert.

2.2.3 Tilting i Ruddlesden Popper serien

Dersom tiltingen i Ruddlesden Popper serien er i fase vil vi ha en tetragonal struktur der RP høyden vil peke i $[001]$ retning. Symmetrien som oppnås ved forskjellig tilting er påvirket av n i Ruddlesden Popper serien. Ett odde nummer av n vil gi en annen symmetri enn ett heltallig n vil gi [2].

I figur 2.1.3 kan man se at octahedralene danner lag der hvert lag består av octahedrale som har samme forskyvning i planet. For å beskrive tilting i Ruddlesden Popper serien er det vanlig å beskrive tiltingen mellom lagene av octahedrale. Φ beskriver anti phase tilting mellom lagene av octahedrale, mens Ψ beskriver tilting i fase (Aleksandrov and Bartolomè notasjon). Notasjonen $(00\Phi)(00\Phi)$ beskriver da en Ruddlesden Popper serie der octahedralene er tiltet i anti fase langs lengden av enhetscellen.

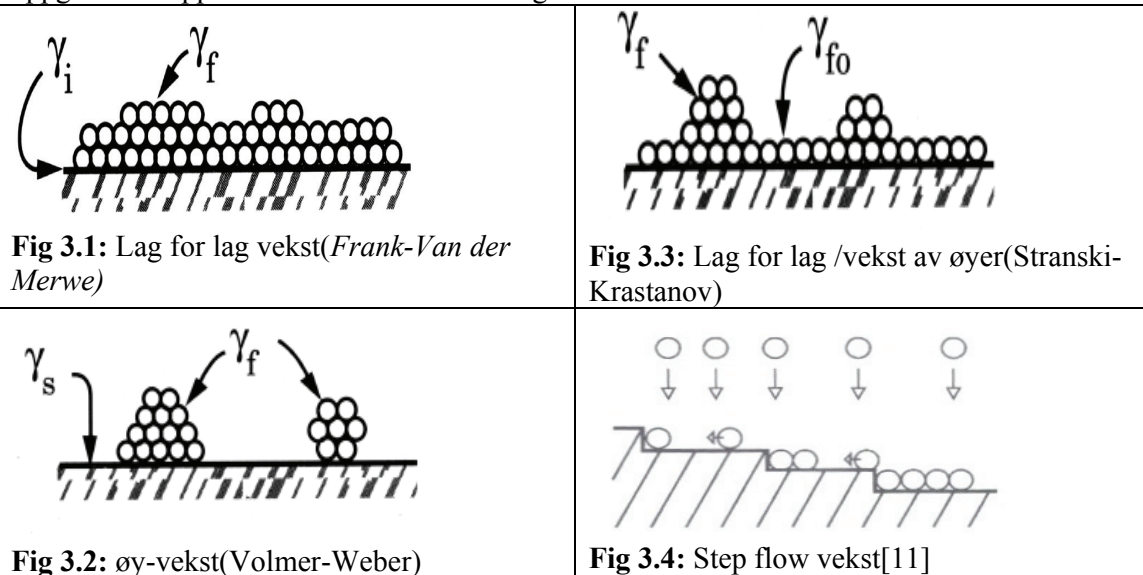
Som med perovskite materialer med ABO_3 struktur kan Ruddlesden Popper serien også gjennomgå faseoverganger.

3 Deponering av oksider

Dette kapittelet tar for seg hvilke parametere som styrer den epitaksielle veksten. Homoepitaksi beskriver dannelsen av ett materiale på ett substrat bestående av det samme materiale, mens heteroepitaksi beskriver dannelsen av en film av ett materiale på ett substrat der film og substrat består av forskjellige materialer. Heteroepitaksi innebærer derfor at det er strain i filmen som deponeres på substratet hvilket kan påvirke vekstparametrene til oksidet.

3.1 Vekstmoder under epitaksiell vekst

Vekst av film på substratet skjer ved at atomer fra en kildematerialet tilføres substratet. Disse atomene refereres til som adatom. De forskjellige vekstmulighetene(vekstmoder) under epitaksiell vekst er vist i figur 3.1 til 3.4. Overflaten på substratene som benyttes i denne oppgaven er oppdelt i terrasser som vist i figur 3.4.



Om veksten av filmen blir lag for lag(figur 3.1), vekst av øyer(figur 3.2) eller en kombinasjon(figur 3.3) avhenger av den frie energien mellom substrat og film[11]. En lag for lag vekst er beskrevet ved dannelsen av øyer som gradvis vokser i areal for så å vokse sammen og danne en flat overflate der nye øyer kan dannes. En annen måte flate filmer kan dannes på er ved step flow veksten. Her vil adatomene diffundere til kantene av terrassene og dermed danne en flat overflate på filmen.

3.2 Diffusjon på overflaten på film

Rene vekstmoder som i figur 3.1-3.4 oppstår under termodynamisk likevekt hvilket som regel ikke er tilfelle. Dette innebærer at kinetiske effekter som diffusjon på overflaten av filmen også må tas i betraktning.

Diffusjonskoeffisienten (D_s) er gitt av (1) der a er "characteristic jump distance" til adatomene, ν er attempt frekvensen ($\sim 10^{13}$), E_A er aktivasjonsenergien for diffusionen og k_B er Boltzmanns konstant og T er temperaturen [11].

$$D_s = \nu a^2 e^{-\frac{E_A}{k_B T}} \quad (1)$$

Diffusjonslengden (l_d) er gitt av (2) der τ ($\langle t_D \rangle = \tau$) er den gjennomsnittlige diffusjons tiden.

$$l_d = \sqrt{D_s \tau} \quad (2)$$

Ved høye temperaturer vil diffusjonskoeffisienten øke og dermed gi en lengre diffusjonslengde. En økende diffusjonslengde vil kunne innebære at adatomene lettere kan diffundere fra toppen av øystrukturer til lavereliggende lag og danne en lag for lag vekst. Denne vekst modusen er også avhengig av jevn tilgang til adatomer. Ved lange diffusjonslengder (lengre enn bredden på terrassene) kan atomene kan også lettere diffundere til terrassekantene og dermed sørge for en step flow vekst. En konsekvens av dette er at bredden på terrassene på substratet også kan ha innvirkning på hvilken type vekst som skjer.

Ofte vil man også ha en kombinasjon av flere vekstmoder (for eksempel lag for lag vekst og step flow vekst).

Diffusjonstiden (t_D) for adatomene er gitt av (3).

$$t_D = \nu^{-1} e^{\frac{E_A}{k_B \cdot T}} \quad (3)$$

Hvis diffusjonstiden overstiger tiden mellom hver gang materialet blir tilført substratet vil deponeringen bli kontinuerlig. Dette innebærer at det til enhver tid vil være adatom som diffundere på overflaten av substrat/film. Dersom dette ikke er tilfelle har vi en ikke-kontinuerlig deponering.

3.3 Eptaksiell vekst av Ruddlesden Popper enhetsceller

Vekstmoder bestemmer hvordan atomene strukturerer seg på overflaten, men hvilke type atomer som er tilgjengelig vil også bestemme oppbygningen. Kontroll av hvilke adatomer som er tilgjengelige er en vanlig måte å bygge opp Ruddlesden Popper enhetsceller på. Dette gjøres ved at tilgjengeligheten av atom av type B reduseres slik at en ekstra A0 enhet dannes.

Det er som eksempel vist to forskjellige måter å gjøre dette på ved hjelp av molecular beam epitaxy(MBE) og PLD.

Ruddlesden Popper serier av STO har blitt dannet med MBE ved å nøye kontrollere tilgjengeligheten av Sr-, Ti- og O-atomer for å kunne bygge opp enheter av SrO og TiO_2 . På denne måten er enhetsceller i Ruddlesden Popper serien med $n=1$ til $n=5$ dannet[3].

Ruddlesden Popper serier av STO er blitt dannet med PLD ved å benytte forskjellige kildematerialer bestående av STO og SrO. På samme måte som med MBE kan man da bygge opp enheter av SrO og TiO_2 slik at Ruddlesden Popper enhetsceller fra $n=1$ til $n=5$ blir dannet[25].

For deponering av STO med PLD har det blitt funnet at ved lave substrattemperaturer($450^{\circ}C$) dannes Ruddlesden Popper enhetsceller ut av planet på filmen(2D vekst), mens man ved å øke substrattemperaturen til $550^{\circ}C$ får en vekst av Ruddlesden Popper enhetsceller også i planet på filmen(3D vekst)[25]. Ruddlesden Popper enhetscellene var da også bygd opp med flere forskjellige verdier av n .

4 Utstyr og målinger

4.1 Pulset Laser Deponering

For å oppnå en epitaksiell vekst av BaSnO ble PLD benyttet.

4.1.1 PLD oppbygning

I figur 4.1.1 er oppbygningen av et PLD system vist. Ett PLD system består hovedsakelig av:

-vakuumkammer

Vakuumkammeret som ble benyttet kan bli pumpet ned til ett trykk på omtrent $4 \cdot 10^{-8}$ mbar. Under deponering kan kammeret fylles med oksygen med ett trykk ned mot 10^{-3} mbar.

-laser

En laserstråle er rettet mot kildematerialet.

-varmeelement til substratet (substrate heater)

Ett varmeelement er plassert i vakuumkammeret for å varme opp substratet, og kan varme opp substratet til temperaturer opptil 900°C . Temperaturen som varmeelementet er satt til refereres til som setpointtemperatur (T_{Set}). Temperaturen på overflaten av substratet kan også måles med ett pyrometer. Denne temperaturen refereres til som substrattemperatur (T_{Sub}).

-forkammer

Når ett substrat skal settes inn i kammeret plasseres den i ett forkammer som kan pumpes opp/ned uavhengig av kammeret for å slippe å pumpe opp/ned hele vakuumkammeret.

-kildematerialet m/ scanning

Laserstrålen er rettet mot ett kildemateriale (i denne oppgaven bestående av BaSnO). Kildematerialet vil hele tiden bevege seg i x/z – retningene for at laserstrålen kan dekke ett større område på kildematerialet.

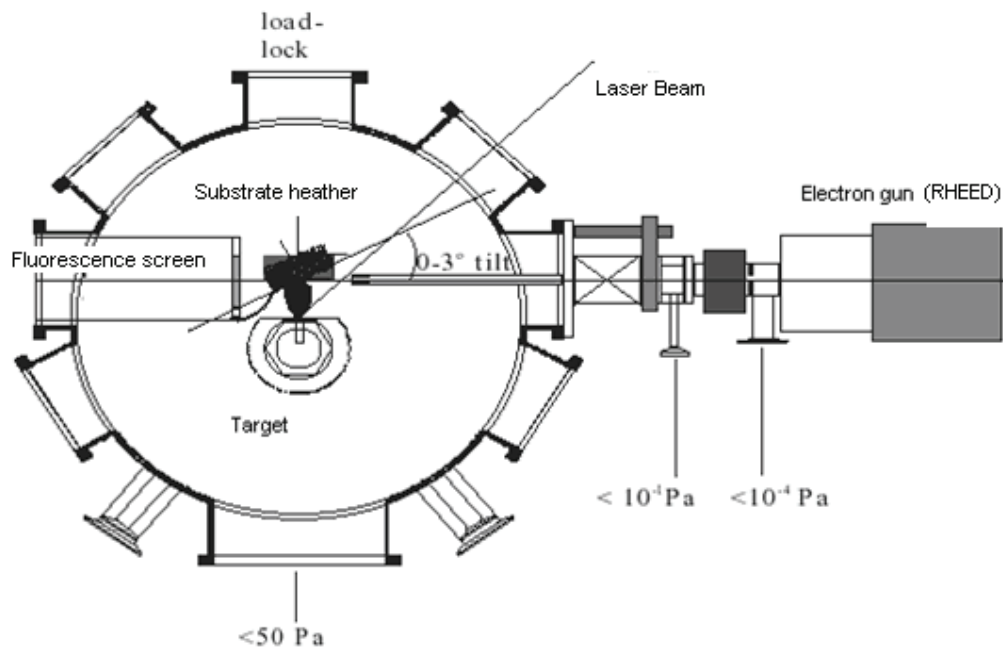


Fig 4.1.1: PLD system[11]

4.1.2 Plasmasky

Når laserstrålen treffer kildematerialet vil atomer bli ionisert og løsrevet fra kildematerialet og danne ett plasma. Hvor hurtig atomer løsrives er avhengig av laserenergi pr. areal, varigheten av hver laserpuls, bølgelengden på laseren og sammensetningen til kildematerialet. Atomene har en kinetisk energi som gjør at plasmaet ekspanderer og danner en plasmasky (figur 4.1.2). Når plasmaet ekspanderer vil atomenes kinetiske energi gå over til termisk energi. Noen av atomene vil på denne måten nå substratet og resultere i en epitaksiell vekst. Forholdet mellom atomenes kinetiske/termiske energi vil variere med distansen fra kildematerialet og avstanden mellom kildematerialet og substrat blir derfor en viktig parameter å kontrollere.

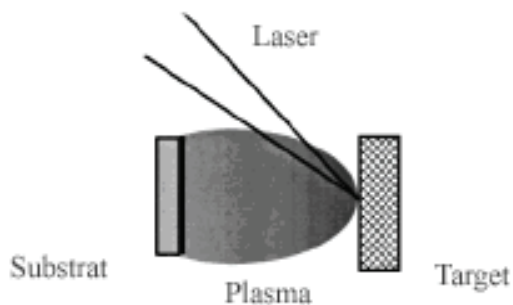


Fig 4.1.2: Plasmasky[14].

4.1.3 Oksygentrykk i vakuumkammer

Ved å benytte oksygen i vakuumkammeret under vekst begrenser man rekkevidden til plasmaskyen og minsker risikoen for oksygen mangel[14]. Endringer av oksygentrykk vil dermed påvirke vekstforholdene og er dermed en viktig parameter å kontrollere under deponering.

4.1.4 Laserparametere

Laser frekvensen kan justeres mellom 1Hz og 50Hz og den maksimale lasereffekten pr. puls er omtrent 0.6 W.

Tilknyttet laseren er følgende utstyr:

-Halveringsspeil

For å justere lasereffekten kan man endre spenningen i laseren(angitt som laser[kV] i tabell 4.9.1) eller plassere halveringsspeil foran laserstrålen. Halveringsspeilene står på utsiden av vakuumkanmeret slik at laserstrålen kan passere igjennom 1 eller 2 halveringsspeil før den treffer kildematerialet. Når laserstrålen passerer igjennom disse vil halvparten av laserenergien bli reflektert mens resten passerer igjennom. Ved kun å regulere spenningen i laseren er det begrenset hvor mye man kan forandre laserenergien. Halveringsspeilene kan derfor benyttes for å kunne justere laserenergien over ett større område.

-Fokusapparat

Etter eventuelle halveringsspeil er det plassert ett apparatur som kan slippe igjennom ett bestemt tverrsnittsareal av laserstrålen. Dette arealet refereres til som fokus i oppgaven og kan justeres mellom 1 mm^2 til 576 mm^2 .

-Linse

Etter fokusapparat er det plassert en linse som fokuserer laserstrålen.

-vindu i kammer

Før laseren treffer kildematerialet må den passere igjennom ett vindu på vakuumkanmeret.

Tverrsnittsarealet til laserstrålen i forhold til lasereffekten er en viktig parameter å kontrollere. Selv om man måler den samme lasereffekten mellom to deponeringer kan det tenkes at lasereffekten pr. areal er forskjellig. Dersom lasereffekten pr. areal øker kan det hende at divergensen til plasmaskyen øker og deponeringsraten dermed går ned. Ett eksempel på dette er vist i figur 4.1.3 der man viser deponeringsraten ved forskjellige laser energier og forskjellige tverrsnittsareal. Figuren viser at når tverrsnittsarealet minker under en viss grense($\sim 5 \text{ mm}^2$), vil deponeringsraten synke drastisk. Tverrsnittsarealet i denne figuren er størrelsen på laserstrålen når den treffer kildematerialet og er ikke det samme som fokus.

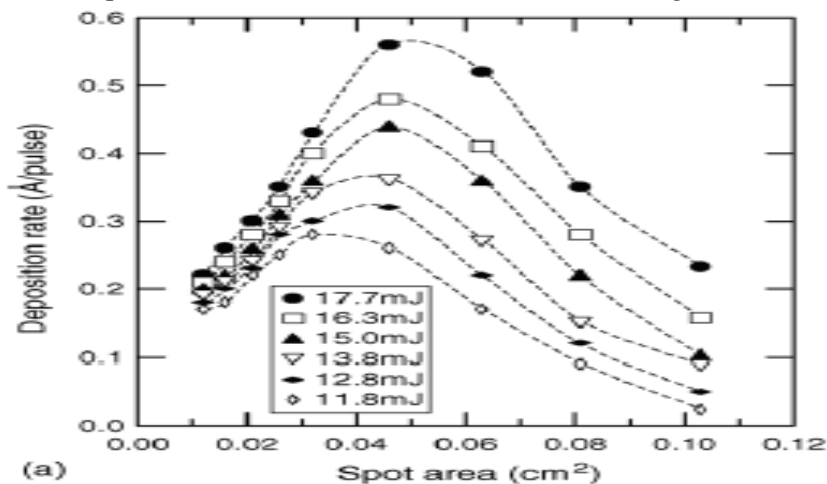


Fig 4.1.3: Eksempel på endring av deponeringsrate ved endrede tverrsnittsareal(=spot size) og laserenergier[15].

Lasereffekten måles ved utgangen av laseren og foran inngangen til vakuumkammeret. Lasereffekten målt på utgangen av laseren blir referert til som ”effekt ved laser” og effekten målt på inngangen til vakuumkammeret blir referert til som ”effekt ved kammer”.

Før laserstrålen treffer kildematerialet må den passere vinduet til vakuumkammeret, hvilket kan innebære tap i effekt som ikke registreres av effektmålingene. Etter hvert som man deponerer filmer kan transmittansen igjennom dette vinduet minke og lasereffekten som treffer kildematerialet vil dermed også minke. Hvor mye transmittansen minker er avhengig av hvilke materialer som deponeres og hvor lenge det deponeres. I figur 4.1.4 er det vist ett eksempel på endring av transmittansen som funksjon av antall deponeringer av STO .

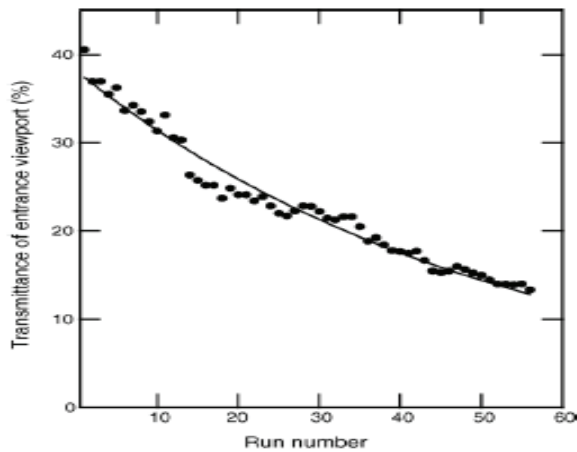


Fig 4.1.4: Transmittans igjennom vinduet på vakuumkammeret ved ett økende antall deponeringer(=Run number). Hver deponering tilsvare her 100nm med STO[15].

4.1.5 Reflection High Energy Electron Diffraction

Reflection High Energy Electron Diffraction (RHEED) benyttes for å overvåke veksten på substratet. Elektroner skytes inn mot substratet og de fremoverspredte elektronene detekteres på en fluorescerende skjerm.

RHEED benyttes ved å detektere intensiteten til elektroner som blir spredt på overflaten til filmen. Elektronene har typisk en energi på 10-50 keV og skytes inn nesten parallelt med film overflaten.

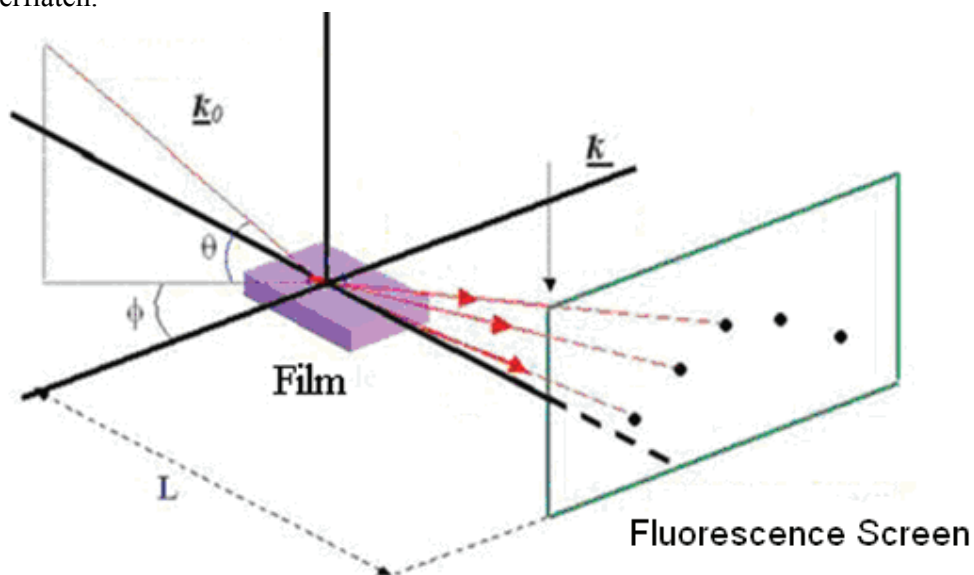


Fig 4.1.5: RHEED konsept[19].

En film med store ujevnheter på overflaten vil spre elektronene mer og man vil derfor detektere mindre fremoverspredte elektroner. En oscillasjon i intensiteten til de fremoverspredte elektronene vil da tilsvare vekst av ett monolag(gjelder ved lag for lag vekst)[4]. Man kan dermed registrere hvor raskt en film blir dannet dersom man vet hvor tykt ett monolag er. Ved step flow vekst vil det ikke være noen endring i ujevnhetene på overflaten av filmen og det vil derfor ikke bli registrert noen endring i intensiteten etter hvert som filmen blir tykkere. En kombinasjon av step flow vekst og lag for lag vekst er også mulig som vist i figur 4.1.6. I denne figuren går man gradvis over fra lag for lag vekst til step flow vekst.

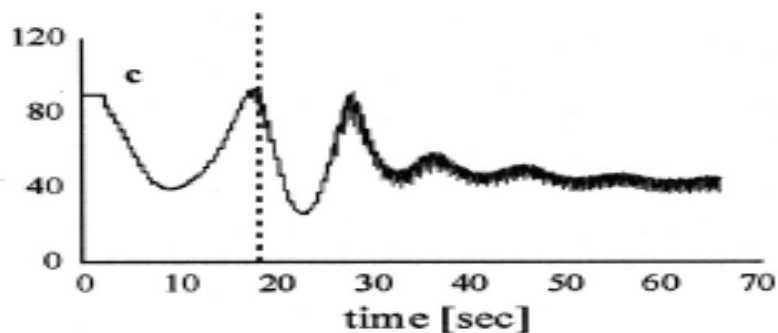


Fig 4.1.6: RHEED oscillasjoner ved lag for lag vekst(venstre for linje) og en blanding av lag for lag vekst og step flow vekst(høyre for linje)[12].

Gitterparameteren i planet på filmen(a eller b akse) kan estimeres dersom man vet gitterparameteren i planet på substratet. Ved å sammenligne avstanden mellom maksima i intensitet på den fluorescerende skjermen før og etter vekst kan gitterparameteren i planet på filmen estimeres ved hjelp av (4). Her er $d_{Før}$ og d_{Etter} distansen mellom maksima på den fluorescerende skjermen før og etter deponering, mens $a_{Før}$ og a_{Etter} er gitterparameteren i planet før og etter deponering.

$$a_{Etter} = \frac{a_{Før}}{d_{Før}} \cdot d_{Etter} \quad (4)$$

I PLD systemet er det benyttet ett high pressure RHEED system. Oksygen som vakkumkammeret fylles med vil spre elektronene som skytes inn i kammeret og dermed gjøre det vanskeligere å detektere noen fremoverspredte elektroner. For å kompensere for dette benyttes ett eget kammer for elektronkilden på $5 \cdot 10^{-4}$ mbar. Dette minsker spredningen av elektronene før de sendes inn i vakuunkammeret og gir dermed de fremoverspredte elektronene nok energi til å bli detektert på den fluorescerende skjermen.

4.2 Røntgendiffraksjon

For å undersøke den krystallinske kvaliteten til filmene kan røntgendiffraksjon benyttes. Røntgenstrålingen som ble benyttet har en bølgelengde på 1.5406 Å og avhengig av hvilke parametere som ønskes målt kan forskjellige teknikker benyttes.

4.2.1 θ - 2θ målinger

θ - 2θ målinger gir informasjon om blant annet verdien til c-aksen. θ - 2θ målinger blir foretatt ved å detektere når Bragg betingelsen (5) er oppfylt. Når Bragg betingelsen er oppfylt og formfaktoren (vist for 113 fasen til BaSnO i (6)) er ulik 0 vil man måle en topp i den spredte intensiteten (K i fig 4.2.1). I (5) er n ett heltall, λ er bølgelengden til røntgenstrålingen, d er avstanden mellom to monolag i [001] retningen og θ er den innfallende vinkelen som er definert i fig 4.2.1.

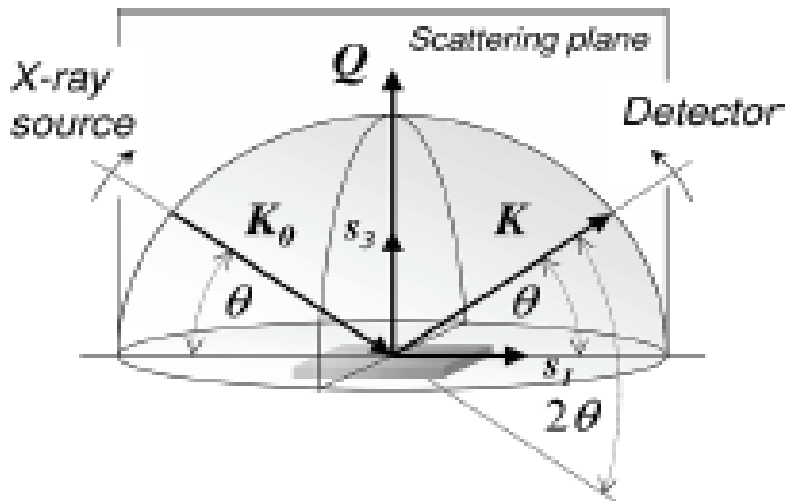


Fig 4.2.1: θ - 2θ måling. K_0 og K er innfallende og spredt røntgenstråling[9].

$$2 \cdot d \cdot \sin(\theta) = n \lambda \quad (5)$$

$$f = f_{Ba} e^0 + f_o \cdot (e^{i\pi(k+l)} + e^{i\pi(h+l)} + e^{i\pi(k+h)}) + f_{Sn} e^{i\pi(h+k+l)} \quad (6)$$

I (6) er formfaktoren (f) for en 113 fase av BaSnO vist. I (6) er f_{Ba} form faktoren til Barium, f_o er formfaktoren til oksygen og f_{Sn} er formfaktoren til Tinn. Indeksene h, k og l er millerindeks for planene i krystallet. Ved noen kombinasjoner av h, k og l kan formfaktoren bli lik 0 og ingen spredt stråling kan da bli detektert.

4.2.2 Reciprocal Space Mapping (RSM)

RSM benyttes for å kunne måle gitterparameteren i planet på filmen og ut av planet på filmen (d.v.s. i retningene [100] og [010]), samt c-aksen. Denne målingen blir foretatt ved å ikke bare detektere intensiteten i [001] retningen i filmen, men også i minst én annen retning i planet på filmen (indikert med ω i fig 4.2.2). Figur 4.2.2 viser en RSM måling der ΔK_{perp} er den resiproke gittervektoren ut av filmen og ΔK_{par} er den resiproke gittervektoren i planet på filmen. Vektorene k_{in} og k_{out} er innfallende og spredt røntgenstråling.

I denne oppgaven måler man intensiteten rundt [103] toppen til substratet. Ved å variere θ og ω tilstrekkelig omkring $h=1$ og $l=3$, vil man i tillegg til substratet detektere den spredte strålingen fra filmen. De resulterende h og l verdiene til filmen vil da gi informasjon om strain i planet i filmen (fra verdien av h) og strain ut av filmen (fra verdien av l).

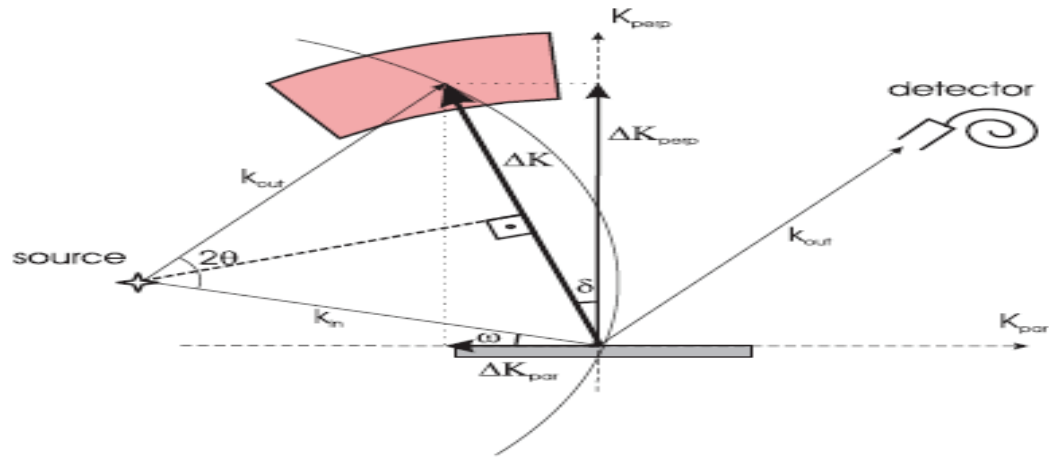


Fig 4.2.2: RSM måling[10].

4.2.3 Diffraksjon fra supergitter

Supergitter er en struktur bestående av periodiske lag av 2 eller flere materialer. Ved hjelp av θ -2 θ målinger kan man anslå tykkelsen lagene i supergitter. Formfaktoren for ett supergitter bestående av 2 materialer(material A og B) er gitt i (7) der Λ (også referert til som lambda) er den totale tykkelsen på ett lag av hvert materiale.

I (7) er f_j formfaktoren for enhetscellen i lag A og B, d_j er distansen mellom to monolag, N_j er antall monolag i hvert lag, q er den resiproke gittervektoren i [001] retningen og N er antallet lag i filmen.

$$F(q) = \sum_{v = -\frac{N-1}{2}}^{\frac{N-1}{2}} e^{ivq\Lambda} \left(\sum_{v_A = -\frac{n_A-1}{2}}^{v_A = \frac{n_A-1}{2}} f_A e^{iv_A q d_A} + e^{i\frac{q\Lambda}{2}} \sum_{v_B = -\frac{n_B-1}{2}}^{v_B = \frac{n_B-1}{2}} f_B e^{iv_B q d_B} \right) \quad (7)$$

Lag B er i (7) multiplisert med en fase lik $(q\Lambda)/2$, som er faseforskjellen mellom lag A og B(d.v.s. at lag A og B er her antatt å være like tykke). Leddet på innsiden av parentesen er formfaktoren $f(q)$ og leddet på utsiden av parentesen refereres til som Laue interferens($S(q)$). Figur 3.7 viser formfaktoren $f(q)^2$, laue interferens $S(q)^2$ og den totale formfaktoren $F(q)^2$.

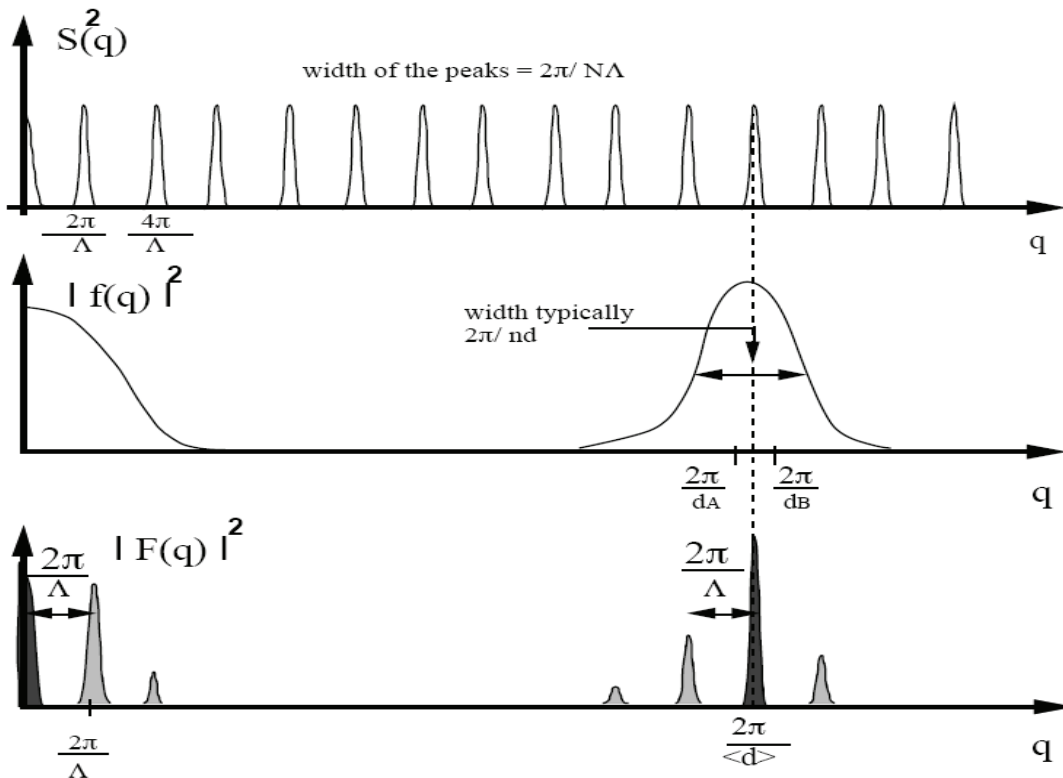


Fig 4.2.3: Formfaktor, Laue interferens og total formfaktor for ett supergitter[16].

Intensiteten detektert fra denne filmen er proporsjonal med $F(q)^2$. Den resulterende spredte røntgenstrålingen fra ett supergitter vil derfor bestå av flere intensitetstopper rundt ett maksima(nederst i fig 4.2.3). Toppen med høyest intensitet refereres til som hovedloben, mens intensitetstoppene som er plassert rundt hovedloben refereres til som satellittopper. Lambda kan finnes ved å detektere avstanden mellom satellittoppene ved å benytte (8) der θ_1 og θ_2 er vinkelen fra θ -2 θ målingen for to nabo- satellittopper.

$$\Lambda = \frac{\lambda / 2}{\sin(\theta_1) - \sin(\theta_2)} = \frac{1}{\frac{1}{d_1} - \frac{1}{d_2}} \quad (8)$$

Ved θ - 2θ målinger over Ruddlesden Popper enhetscellen vil man også detektere ett diffraksjonsmønster som er likt det som oppnås med supergitter. På samme måte kan (8) benyttes for å detektere høyden av Ruddlesden Popper enhetscellen. Den eneste forskjellen består i at Ruddlesden Popper serien har ett speilplan i midten av enhetscellen. Dette vil gjøre at lambda funnet av (8) tilsvarer en halv enhetscelle i Ruddlesden Popper serien.

4.2.4 Rockingcurve målinger

Rockingcurve målinger kan gi informasjon om den krystallinske kvaliteten til filmen. I en perfekt strukturert film i [001] retningen vil den resiproke gittervektoren stå vinkelrett på planet til filmen (parallelt med normalen). Dersom den krystallinske kvaliteten er dårlig vil man ha resiproke gittervektorer spredt rundt normalen til filmen og bragg betingelsen vil derfor være oppfylt over ett større vinkelområde.

Rockingcurve målingen foretas ved å holde røtgendektoren fast og samtidig variere vinkelen til røntgenkilden rundt det område der bragg betingelsen oppnås. Man oppnår da en intensitetskurve og bredden på denne kurven vil gi en indikasjon på den krystallinske kvaliteten til filmen.

4.3 Atomic Force Microscope

Atomic Force Microscope (AFM) benyttes for å ta bilder av overflaten til filmene. Mange 2-dimensjonale bilder settes sammen slik at de sammen danner ett 3-dimensjonalt bilde av topologien på overflaten av filmen.

I AFM blir en silisium spiss med en diameter i Å-skala ført over overflaten på filmen. AFM kan benyttes i tapping mode hvilket innebærer at spissen vibrerer over overflaten på filmen. En laserstråle blir reflektert fra toppen av spissen og registrert av to fotodetektorer. Fotodetektorene vil justere høyden på filmen slik at den reflekterte laserstrålen alltid treffer midt mellom fotodetektorene. Høyden på filmen justeres ved hjelp av piezoelektriske elementer og ved å registrere hvor mye filmen heves/senkes kan topologien på toppen av filmen registreres.

På denne måten kan man oppnå en oppløsning mindre enn 1Å i z-retningen og 1-5 nm i x/y retningene(x,y,z definert i figur 4.3.1)[5].

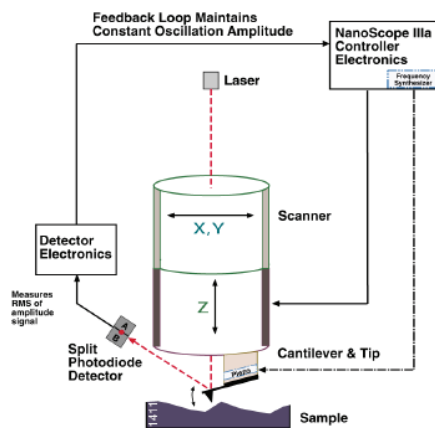


Fig 4.3.1: AFM i tapping mode[20].

4.4 Elektriske målinger

Ved å feste metalliske kontakter til oksidene kan man foreta dielektriske målinger samt resistansmålinger. Disse kontaktene kan være ohmsk eller av type schottky. Hvilken type kontakt vi oppnår er avhengig av arbeidsfunksjonen for metallet ($q\phi_M$) og arbeidsfunksjonen til halvlederen/isolatoren ($q\phi_S$).

Ohmsk kontakt:

Dersom vi har en n-type halvleder der $q\phi_M < q\phi_S$ (vist til venstre i figur 4.4.1), blir arbeidsfunksjonen til halvlederen redusert når metallet og halvlederen har kontakt (høyre i figur 4.4.1). Elektronene vil i dette tilfellet ikke oppleve noen stor energi barriere ved grenseflaten mellom halvleder og metall. I dette tilfellet får man da en ohmsk kontakt. På samme måte får vi en ohmsk kontakt dersom vi har en p-type halvleder samtidig som $q\phi_M > q\phi_S$.

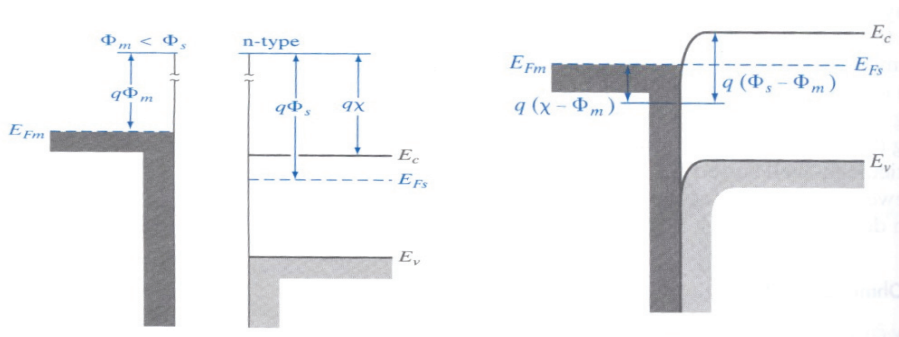


Fig 4.4.1: Ohmsk kontakt mellom metall og n-type halvleder[7].

I figur 4.4.1 er E_c energinivået for det ledende båndet, E_v er energinivået til valens båndet, E_{Fs} er ferminivået til halvlederen og E_{Fm} er ferminivået til metallet. Når man foretar en resistansmåling (spenning vs. strøm) på en ohmsk kontakt vil man ha ett lineært forhold mellom strøm og spenning.

Schottky kontakt:

Dersom vi har en n-type halvleder der $q\phi_M > q\phi_S$ (venstre i figure 4.4.2), vil arbeidsfunksjonen til halvlederen øke og en barriere for elektronene dannes i grenseflaten mellom metall og halvleder (høyre i figur 4.4.2). Dette refereres til som en schottky kontakt og når en resistansmåling blir foretatt over denne kontakten vil forholdet mellom strøm og spenning være ulineært. Dersom halvlederen er av p-type vil man oppnå en schottky kontakt dersom $q\phi_M < q\phi_S$.

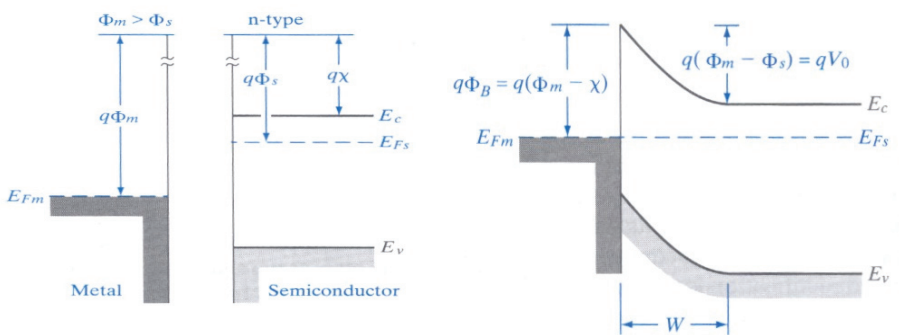


Fig 4.4.2: Schottky kontakt mellom metal og n-type halvleder[7].

4.5 X-ray Photoelectron Spectroscopy

X-ray Photoelectron Spectroscopy(XPS) kan benyttes til å måle bindingsenergien til elektronene i de innerste skallene i atomet. Disse energiene er avhengig av den kjemiske sammensetningen og ved å detektere disse energinivåene kan man anslå hvilke atomer som er blitt målt på i filmen og sammensetningen til filmen. Ved å telle elektroner kan man danne en Energy Distribution Curve(EDC) som viser energien til de detekterte elektronene.

Fotoner med tilstrekkelig energi kan bli absorbert av atom og re-emittere elektroner fra de innerste atomskallene. Denne prosessen består av 3 steg[5]:

- 1)Absorpsjon av foton og medfølgende elektronemisjon.
- 2)Transport av det eksiterte elektronet til overflaten av film
- 3)Elektroner forlater overflaten

Røntgenenergi mellom 10-50eV er benyttet for å eksitere valens elektroner. For røntgenenergi høyere enn 100 eV vil de fleste elektroner eksiteres fra de innerste atomskallene. Det siste tilfellet refereres til som XPS eller electron spectroscopy for chemical analysis(ESCA). XPS er en overflateteknikk da elektroner dypere i materialet vil gjennomgå inelastisk spredning. I figur 4.5 er ”mean free path” til electronet vist. Ved å forandre fotonenergien slik at ”mean free path” endres kan man regulere hvor følsom målingene skal være på overflaten. Denne følsomheten kan også reguleres ved å forandre den innfallende vinkelen til fotonene.

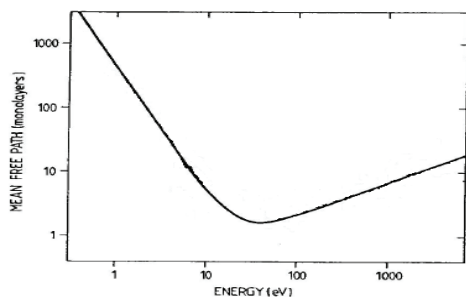


Fig 4.5: ”Mean free path” for elektroner vs. Elektronenes kinetiske Energi(dannet fra [6]).

4.6 Secondary Ion Mass Spectroscopy

Secondary Ion Mass Spectroscopy(SIMS) benyttes for å analysere hvilke atom ett materiale er bygd opp av. Med SIMS kan man detektere atomene og forholdet mellom forskjellige typer atomer, men ikke hvordan atomene er strukturert i materialet.

Konseptet bak SIMS er at ioner slår løs atomer fra materialet mens man samtidig detekterer hvilke atom som er frigjort. Frigjøring av atom ved hjelp av ioner refereres til som ”sputtering” og er illustrert i figur 3.6. De frigjorte atomene blir akselerert igjennom ett ”mass spectrometer”, som dermed kan skille ut atomer i henhold til forholdet mellom masse og ladning[17].

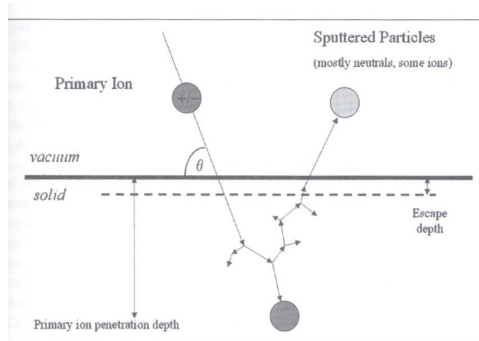


Fig4.6: Prinsippet bak SIMS[17]

4.7 Materialparametere

4.7.1 $BaSnO_3$

$BaSnO_3$ (skrives heretter som BaSnO) har en kubisk perovskit struktur. Oksidet er ikke ferroelektrisk og er elektrisk isolerende. Gitterparametere er vist i tabell 2.3.1.

4.7.2 $BaSnO$ derivater

Ba_2SnO_4 og $Ba_3Sn_2O_7$ er en del av Ruddlesden Popper serien der $n=1$ og $n=2$. De har en tetragonal struktur og gitterparametrene til disse er vist i tabell 4.7.1.

Tabell 4.7.1: Gitterparameter til BaSnO + derivater

Type	n (Ruddlesden Popper)	a-akse[Å]*	RP høyde [Å]*	Differanse i RP høyde[Å]**
$BaSnO_3$	∞	4.1163	4.1163	
Ba_2SnO_4	1	4.1431	13.3021	9.1858
$Ba_3Sn_2O_7$	2	4.129	21.46	8.1579

*Verdiene hentet fra JCPDS kort(vedlegg 2)

**Verdiene sikter til økning i RP høyde når n går fra ∞ til 1 og fra 1 til 2.

Basert på verdiene i tabell 4.7.1 er økningen i høyden til Ruddlesden Popper enhetscellen når n øker med 1 lik 8.1579Å.

4.7.3 STO_3 og Nb:STO

STO_3 (skrives heretter som STO) har en kubisk perovskit struktur og en gitterparameter på 3.905Å. STO er elektrisk isolerende og benyttes som substrat i denne oppgaven.

Nb:STO (skrives heretter som Nb:STO) er SrTiO dopet med Nb, hvilket gjør det elektrisk ledende. Nb:STO benyttes som substrat i denne oppgaven og har en gitterparameter på 3.906Å. Arbeidsfunksjonen(work function) for Nb:STO er funnet lik 4.1eV[18].

4.7.4 Strain i BaSnO

Når 113 fasen til BaSnO skal deponeres på STO vil maksimal strain i BaSnO være gitt

$$\text{av } \frac{a_{BaSnO} - a_{STO}}{a_{STO}} \% = \frac{4.1163 - 3.905}{3.905} \cdot 100 = 5.4\% .$$

4.8 Målinger

4.8.1 Røntgendiffraksjonsmålinger

θ -2 θ målinger som ble gjort rundt [001] toppen ble gjort med θ fra 18° til 25° og θ -2 θ målinger rundt [002] toppen ble gjort fra 40° til 47°.

Ved å foreta θ -2 θ målinger flere ganger og så ta snittet av disse målingene vil man oppnå en mer nøyaktig måling. Denne målingen er referert til som *lang måling*.

Noen målinger ble gjort mellom 4° og 87°. Ved å benytte denne målingen måler man over [001],[002],[003] og [004] toppen til filmen. Denne målingen blir hovedsakelig benyttet for å se om det er noen flere topper imellom disse toppene. Denne målingen blir referert til som en *Bred måling*.

Rockingcurve målingen blir foretatt rundt [001] toppen til film og substrat og refereres til som *rockingcurve måling*. Resultatet fra rockingcurve målingen blir illustrert ved FWHM som er bredden av kurven ved halv halvparten av den maksimale intensiteten.

RSM målinger i denne oppgaven ble gjort rundt [103] toppen til substratet og ble foretatt av Dr. R. Takahashi.

4.8.2 AFM bilder

AFM bilder ble tatt av de fleste substratene og på alle filmer. Bildene ble tatt på størrelsene: 1 μm^2 , 2 μm^2 , 3 μm^2 , 5 μm^2 og 10 μm^2 . I denne oppgave er kun bildene på 2 μm^2 , 5 μm^2 og 10 μm^2 vist.

4.8.3 Elektriske målinger

For å foreta elektriske målinger på oksidet ble elektroder festet på filmen og under substratet ved hjelp av elektronstråle. Elektrodene som ble benyttet i denne oppgaven består av 50nm Pt og 200nm Au.

Lekkasjestrømmen måles ved å plassere to elektroder med størrelse 7854 μm^2 på hver av elektrodene. Lekkasjestrøm pr. cm^2 blir beregnet ved å anta at strømmen går igjennom filmen i ett tverrsnittsareal tilsvarende det til elektrodene.

Dielektriske målinger ble foretatt ved å tilføre en DC spenning i steg med forskjellig spenning. En liten AC signal blir i tillegg tilført og kapasitansen blir beregnet ut fra strømresponsen til AC signalet[21].

4.8.4 XPS målinger

XPS målinger ble foretatt av Dr. R. Takahashi.

4.8.5 SIMS målinger

SIMS målinger ble foretatt i samarbeid med universitetet i OSLO.

4.9 Deponeringsparameter

4.9.1 Serier

Laserfrekvensserie

Den eneste forskjellen i deponeringsparametere for filmene i denne serien er laserfrekvensen som ble benyttet. Laserfrekvensen ble ikke endret under vekst slik at hver film ble dannet med én laserfrekvens forskjellig fra de andre filmene. Filmene ble dannet i følgende rekkefølge med hensyn på frekvens: 10Hz, 15Hz, 5Hz, 25Hz, 2Hz, 20Hz, 3Hz, 1Hz, 20Hz, 25Hz, 20Hz, 25Hz. Denne rekkefølgen ble benyttet for å forhindre at gradvise forandringer som skyldes PLD utstyret skulle tolkes som en følge av endring av frekvensen hvilket kunne være tilfelle dersom man benyttet en gradvis økende frekvens under vekst. Etter at filmen med laserfrekvens på 1Hz ble dannet ble kildematerialet polert da overflaten på kildematerialet hadde blitt ganske ujevn.

Filmene i denne serien ble dannet med det samme antallet laserpulser. Antall laserpulser ble satt i forhold til vekst av en 10Hz film i én time, hvilket innebærer 36000 laserpulser. Dette ble gjort for sørge for at alle filmene skulle bli omtrent like tykke.

Temperaturserie

I denne serien ble det dannet 5 filmer der alle filmene hadde forskjellig substrattemperatur. Substrattemperaturene som ble benyttet var 465°C, 550°C, 635°C, 707°C og 786°C. Veksttiden for disse filmene var 1 time og laserfrekvensen 10Hz, hvilket innebærer at disse filmene skulle være omtrent like tykke som filmene i laserfrekvensserien. Effekten ved kammer i denne serien var 0.18W og ikke 0.164W. Effekten ved laser var den samme som før(0.6W) hvilket innebærer at fokus var litt større i denne serien.

Lasereffektserie

Denne serien består av filmer med forskjellig lasereffekt. Alle filmene ble laget med en laserfrekvens på 10Hz og med substrattemperaturer rundt 785°C. Denne serien skiller seg fra de andre seriene ved at filmene ikke er grodd etter hverandre og at andre filmer derfor er grodd imellom disse filmene. Dette innebærer at fokus må justeres å nytt og at forholdet mellom lasereffekt og tverrsnittsarealet på laserstrålen derfor kan være endret.

Serien ble dannet ved at to filmer med effekt ved kammer lik 0.142W og 0.18W ble dannet hver for seg(d.v.s. ikke etter hverandre). Deretter ble en serie på 3 filmer dannet med lasereffekt ved kammer lik 0.1W, 0.13W og 0.2W.

Temperatur/Lasereffekt serie med laserfrekvens på 2Hz

I denne serien var laserfrekvensen 2Hz, mens substrattemperaturen ble endret mellom 450°C, 500°C og 560°C. Lasereffekten ble også endret mellom 0.4W, 0.6W og 0.8W (effekt ved laser). Når lasereffekten ble endret var substrattemperaturen på 500°C og når temperaturen ble endret var laserfrekvensen 0.6W. Filmene med forskjellig temperatur ble grodd i 2 timer hvilket tilsvarer 14400 pulser. Filmene med forskjellig lasereffekt hadde forskjellig veksttid for å få filmene omtrent like tykke. Filmene i denne serien ble dannet på ett substrat av STO og ikke Nb:STO som i de andre seriene.

4.9.2 Deponeringsparametere og målinger

Tabell 4.9.1 viser deponeringsparametrene som filmene ble dannet under. Alle filmer ble dannet med ett oksygentrykk på 10^{-3} mbar og med en distanse mellom substrat og kildematerialet på 60mm.

Tabell 4.9.1: Deponeringsparametere til filmer

Dato	Film navn	Substrat	Film	Setpoint [°C]	Substrat temp[°C] før dep.	Substrat temp[°C] etter dep.	Frekvens [Hz]	Halverings- speil	Laser [kV]	Laser Effekt ved laser [W]	Laser Effekt ved kammer [W]	Vekst- tid	Thickness [nm] (fra RHEED)	RHEED periode [sek]	Serie*
26.01.07	P70110	STO	BaSnO	720	565	550	2	2	24	1.2	-	2h	-	-	L
09.02.07	P70211	STO	BaSnO	615	500	500	2	2	23.1	1.2	-	2h	128	23	L
12.02.07	P70212	STO	BaSnO	540	450	452	2	2	23.1	1.2	-	2h	109	27	L
13.02.07	P70216	STO	BaSnO	615	500	498	2	2	18.2	0,4	-	212m	126	41	L
13.02.07	P70217	STO	BaSnO	620	498	496	2	1	18.4	0,8	-	70m	-	-	L
19.02.07	P70222	Nb:STO	BaSnO	600	552	550	2	2	24	1.14	-	3h45m	205	27	I
05.03.07	P70308	STO	BaSnO	640	560	549	5	1	16.9	0,6	-	1h19m	205	9.5	I
05.03.07	P70309	STO	BaSnO	640	554	557	10	1	17.1	0,6	-	1h	-	-	I
12.03.07	P70318	STO	BaSnO	640	525	539	15	1	17	0,6	-	22m30s	205	2.7	I
13.03.07	P70319	STO	BaSnO	640	556	556	10	1	17	0,6	-	2h	-	-	I
14.03.07	P70320	Nb:STO	BaSnO	590	553	553	10	1	17	0,6	-	1h	-	-	I
15.03.07	P70321	Nb:STO	BaSnO	570	558	562	10	1	17	0,6	-	1h	343	4.3**	F
15.03.07	P70322	Nb:STO	BaSnO	590	540	545	15	1	17	0,6	-	40m	298	3.3	F
15.03.07	P70323	Nb:STO	BaSnO	590	553	553	5	1	17	0,6	-	2h	-	-	F
16.03.07	P70324	Nb:STO	BaSnO	590	553	560	25	1	17	0,6	-	24m	285	2.07	F
16.03.07	P70325	Nb:STO	BaSnO	590	553	549	2	1	17	0,6	-	5h	314	23.5	F
16.03.07	P70326	Nb:STO	BaSnO	590	547	550	20	1	17	0,6	-	30m	276	2.675	F
17.03.07	P70327	Nb:STO	BaSnO	590	556	545	3	1	17	0,6	-	3h20m	284	17.3	F
20.03.07	P70328	Nb:STO	BaSnO	590	563	567	1	1	17,1	0,6	0,164	10h	-	-	F
29.03.07	P70337	Nb:STO	BaSnO	830	766	778	10	1	17,7	0,6	0,1424	1h	162	9.125	P
29.03.07	P70338	Nb:STO	BaSnO	550	560	560	3/5/10/15/20	1	17,7	0,6	0,142	66m29s	-	28	I
10.04.07	P70403	Nb:STO	BaSnO	830	786	785	10	1	17,2	0,6	0,18	1h	268	5.5	P/T
10.04.07	P70404	Nb:STO	BaSnO	745	707	708	10	1	17,3	0,6	0,181	1h	268	5.5	T
11.04.07	P70405	Nb:STO	BaSnO	665	633	637	10	1	17,4	0,6	0,18	1h	-	-	T
11.04.07	P70406	Nb:STO	BaSnO	480	462	467	10	1	17,3	0,6	0,179	1h	-	-	T
11.04.07	P70407	Nb:STO	BaSnO	560	548	552	10	1	17,4	0,6	0,179	1h	-	-	T
19.04.07	P70415	Nb:STO	BaSnO	830	782	791	10	1	19	0,6	0,2	60m	207	7.14**	P
20.04.07	P70416	Nb:STO	BaSnO	830	771	764	10	2	24	-	0,13	60m	59	25.1	P
21.04.07	P70417	Nb:STO	BaSnO	850	774	772	10	2	19,2	-	0,1	60m	33	44.75	P
27.04.07	P70423	Nb:STO	BaSnO	575	546	553	20	1	17	0,6	0,164	30m	265	2.78*	F
27.04.07	P70424	Nb:STO	BaSnO	575	547	556	25	1	16,8	0,6	0,164	24m	239	2.47	F
04.05.07	P70502	Nb:STO	BaSnO	565	554	554	20	1	17	0,6	0,164	30m	-	-	F
04.05.07	P70503	Nb:STO	BaSnO	560	552	556	25	1	17	0,6	0,164	24m	-	-	F

*Serie indikerer hvilken serie filmen er en del av (F=laserfrekvensserie, P=lasereffektserie, T=temperaturserie og L=temperatur/lasereffekt serie med laserfrekvens på 2 Hz, I = ikke del av noen serie)

**Overflaten på kilde-materialet polert før deponering.

- = ingen verdi/måling foretatt

Tabell 4.9.2 viser hvilke målinger som er foretatt på filmene som ble dannet.

Tabell 4.9.2: Målinger som ble foretatt.

Film navn	θ-2θ måling	AFM bilder	RHEED	RSM	CV/Strøm måling	Lang måling	Bred måling	Rockingcurve måling
P70110	X	X	X	-	-	-	-	X
P70211	X	X	X	-	-	-	-	X
P70212	X	X	X	-	-	-	-	X
P70216	X	X	X	-	-	-	-	X
P70217	X	X	X	-	-	-	-	X
P70222	X	X	X	X	-	X	-	X
P70308	X	X	X	-	-	-	-	X
P70309	X	X	X	-	-	X	X	X
P70318	X	X	X	-	-	-	-	X
P70319	X	X	X	-	-	-	-	X
P70320	X	X	X	-	X	-	-	X
P70321	X	X	X	X	-	X	-	X
P70322	X	X	X	X	-	X	-	X
P70323	X	X	X	X	-	X	-	X
P70324	X	X	X	X	-	X	-	X
P70325	X	X	X	X	-	X	X	X
P70326	X	X	X	X	-	X	-	X
P70327	X	X	X	X	-	X	-	X
P70328	X	X	X	X	-	X	X	X
P70337	X	X	X	-	-	-	-	X
P70338	X	X	X	-	-	-	-	X
P70403	X	X	X	-	-	-	X	X
P70404	X	X	X	-	-	-	-	X
P70405	X	X	X	-	-	-	-	X
P70406	X	X	X	-	-	-	X	X
P70407	X	X	X	-	-	-	-	X
P70415	X	X	X	-	-	-	-	X
P70416	X	X	-	-	-	-	-	X
P70417	X	X	X	-	-	-	-	X
P70423	X	X	X	-	-	-	-	X
P70424	X	X	X	X	-	X	-	X
P70502	X	X	X	X	-	X	-	X
P70503	X	X	X	-	-	-	-	X

X = Måling foretatt

- = Måling ikke foretatt

5 Resultat/diskusjon

5.1 Laserfrekvensserie

5.1.1 θ - 2θ målinger

Figur 5.1.1 og figur 5.1.2 viser θ - 2θ målingen av [001] toppen og [002] toppen til filmer med laserfrekvens på 1Hz, 2Hz, 3Hz, 5Hz, 10Hz, 15Hz, 20Hz og 25Hz. I denne figuren er alle θ - 2θ målinger normalisert til hverandre slik at intensiteten og plasseringen av toppen til substratet (toppene til høyre i fig 5.1.1) er den samme for alle filmer.

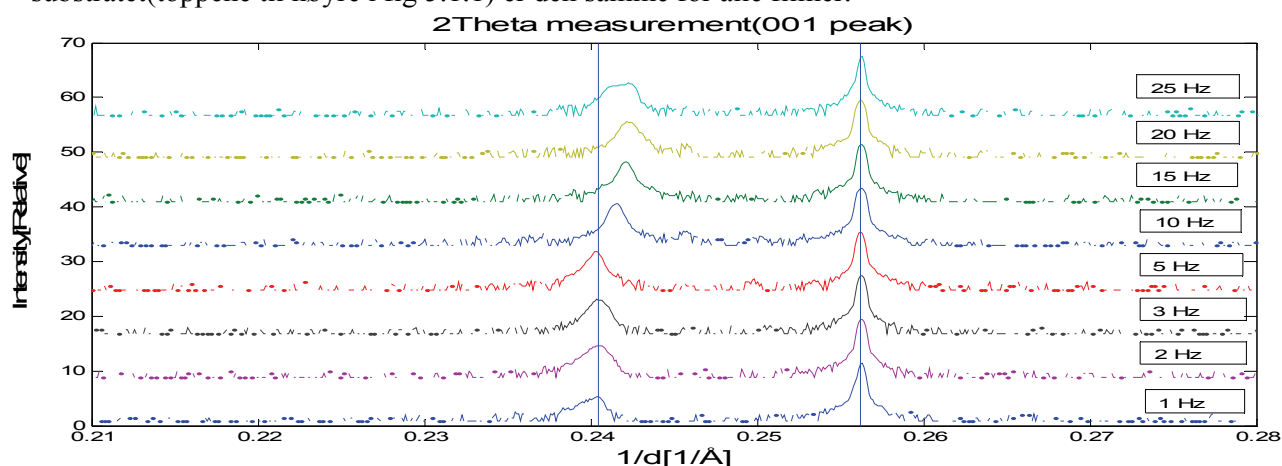


Fig 5.1.1: θ - 2θ måling av [001] toppen til filmer dannet med forskjellig laserfrekvens.

Fra figur 5.1.1 ser man at maksimum av [001] toppene på filmene gradvis øker med hensyn på den inverse d verdien. I denne figuren tilsvarer d avstanden mellom monolagene i [001] retningene hvilket innebærer at c-aksen blir mindre ved økende laserfrekvens. Ved 25Hz ser man at [001] toppen er blitt usymmetrisk og det ser ut som om filmen består av to forskjellige faser med 2 forskjellige verdier på c-aksen.

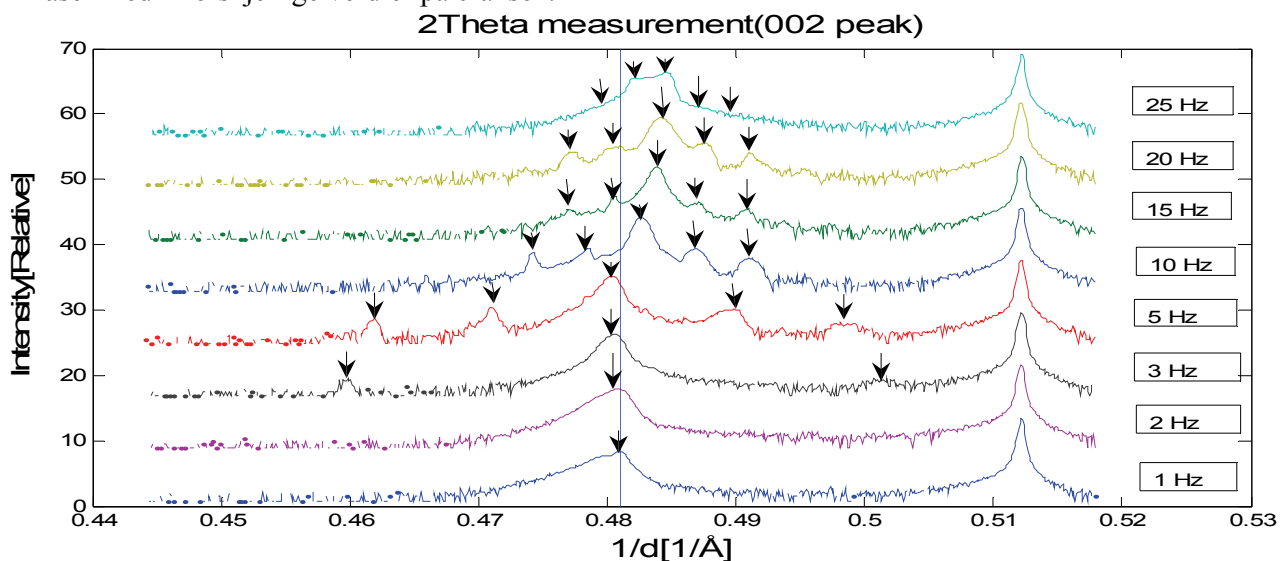


Fig 5.1.2: θ - 2θ måling av [002] toppen til filmer dannet med forskjellig laserfrekvens. Piler indikerer midten av satellittoppene og hovedlobene.

Figur 5.1.2 viser at samtlige topper har satellittopper unntatt for filmene som ble dannet ved 1Hz og 2Hz. Satellittoppene må ha sitt opphav i en lagdelt struktur i filmen i [001] retningen. Distansen mellom satellittoppene og hovedloben blir mindre når laserfrekvensen øker. Dette indikerer at hvert lag i den lagdelte strukturen øker i tykkelse når laserfrekvensen øker. Filmene som ble dannet med laserfrekvenser på 1Hz og 2Hz har ingen satellittopper. Ettersom distansen mellom satellittoppene og hovedloben øker ved fallende laserfrekvenser kunne det tenkes at det fantes satellittopper i området utenfor dette området for θ for disse filmene. Det ble derfor foretatt en bred måling av disse filmene uten at noen satellittopper ble funnet. Grunnen til at satellittoppene vises rundt [002] toppen og ikke rundt [001] toppen er at intensiteten fra [002] toppen er høyere enn for [001] toppen. Intensiteten fra [001] toppen er derfor for lav til at satellittene kan detekteres.

Fra figur 5.1.2 ser man også tendensen til en fallende c-akse når laserfrekvensen øker. Samtidig ser man at den usymmetriske toppen til filmen dannet ved 25Hz skyldes at denne filmen har en satellittopp som ligger nærme hovedloben.

5.1.2 Vekst av 20Hz og 25Hz filmer

Ved vekst av 20 Hz og 25Hz filmer ble det observert avvik i disse filmene med hensyn på verdien til c-aksen. I de første filmene på 20Hz og 25Hz ble det observert en stigning i c-aksen, hvilket bryter med trenden fra de øvrige filmene som indikerer en synkende c-akse ved stigende laserfrekvenser. Det ble derfor til sammen laget 3 filmer med en laserfrekvens på 20Hz og 3 filmer med en laserfrekvens på 25Hz.

θ -2 θ målinger av [002] toppen til filmene er vist i figur 5.1.3 og figur 5.1.4.

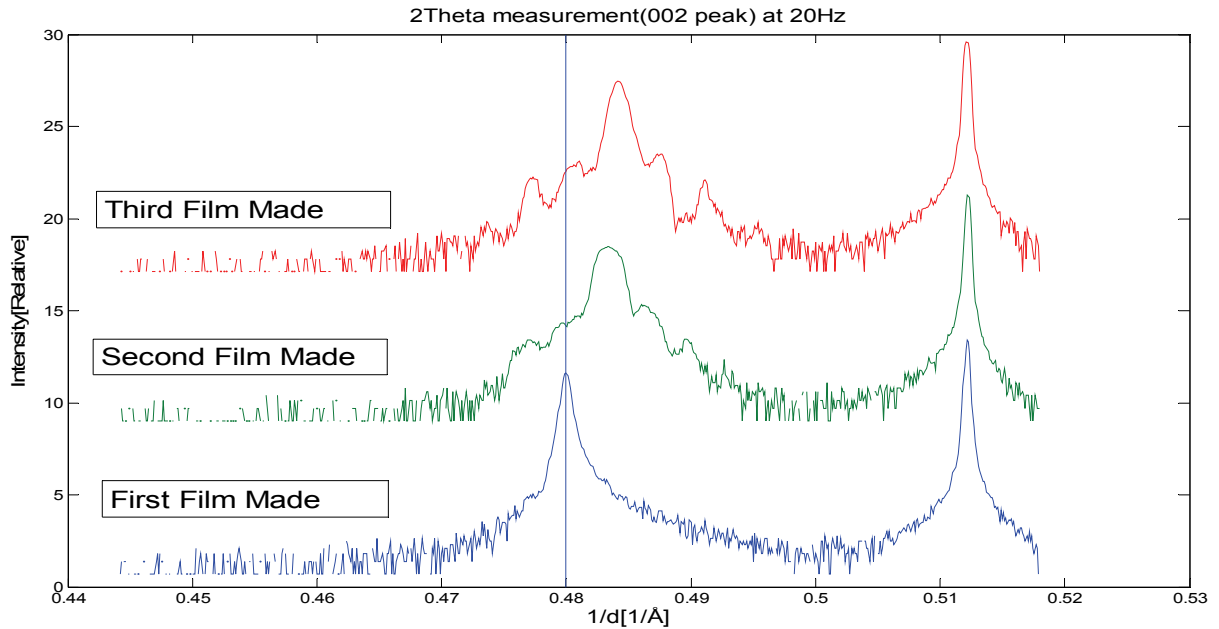


Fig 5.1.3: θ -2 θ måling av [002] toppen for filmer laget med en laserfrekvens på 20Hz.

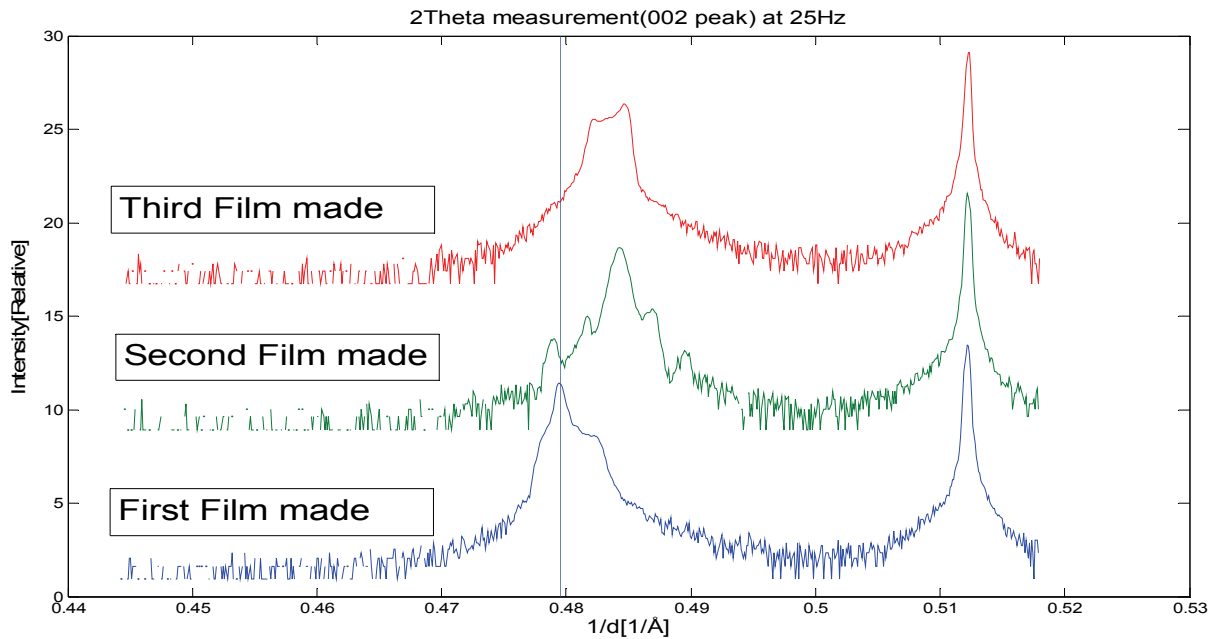


Fig 5.1.4: θ -2 θ måling av [002] toppen for filmer laget med en laserfrekvens på 25Hz.

Fra figur 5.1.3 og figur 5.1.4 ser man at den andre og tredje filmen som ble laget har en lavere c-akse enn de første filmene som ble laget. Dette indikerer at filmer laget ved 20Hz og 25Hz ikke bryter mot trenden med en lavere c-akse. I figur 5.1.1 og figur 5.1.2 er derfor den tredje filmen som ble laget ved 20Hz og den tredje filmen som ble laget ved 25Hz benyttet.

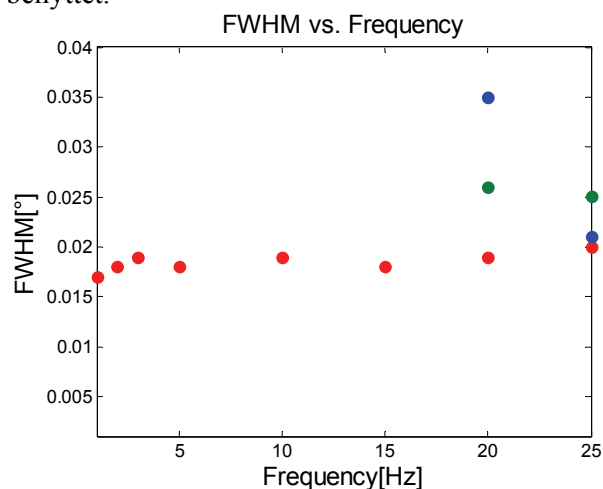


Fig 5.1.5: FWHM basert fra rockingcurve måling vs. frekvens (Rød=første laserfrekvensserie, blå=andre serie med 20Hz og 25Hz, grønn=tredje serie med 20Hz og 25Hz)

I figur 5.1.5 er FWHM basert på rockingcurve målinger vist for samtlige filmer i denne serien. Denne verdien er tilnærmet konstant for alle filmer i den første serien, men for de andre og tredje filmene laget ved 20Hz og 25Hz er den noe høyere.

Den andre filmen som ble dannet med en laserfrekvens på 20Hz har en veldig bred topp i θ -2 θ målingen over [001] toppen. Dette kan skyldes unøyaktigheter i θ -2 θ målingene og derfor ble rockingcurve målinger av substratene for denne filmen samt den andre filmen dannet ved 25Hz sammenlignet som vist i figur 5.1.6.

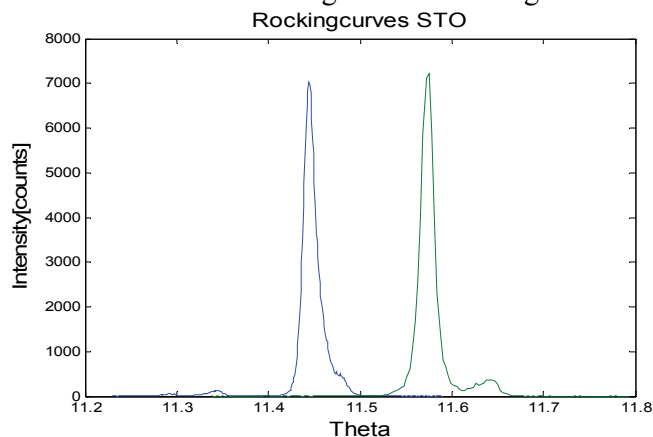


Fig 5.1.6: Rockingcurve målinger til de andre filmene dannet ved 20Hz (blå) og 25Hz (grønn)

Disse substrattoppene er like brede og den brede toppen til 20Hz filmen skyldes derfor ikke unøyaktigheter i θ -2 θ målingene. Ved siden av substratene kan man i figur 5.1.6 også se små intensitetstopper som skyldes at dette substratet var av dårlig kvalitet.

5.1.3 RSM målinger av filmer dannet ved forskjellig laserfrekvens

Det ble foretatt RMS målinger på den førstelaserfrekvensserien, samt på den tredje filmen dannet ved 20Hz og den andre filmen dannet ved 25Hz. Med den første laserfrekvensserien referes det til alle filmer laget mellom 1Hz og 15Hz samt de første filmene dannet ved en laserfrekvens på 20Hz og 25Hz. De siste to RSM målingene ble foretatt for å finne ut om avviket i c-akse for de første filmene dannet ved 20Hz og 25Hz også gjelder a-aksen (gitterparameteren i planet på filmen).

Figur 5.1.7 viser verdien til a-aksen og figur 5.1.8 viser verdien til c-aksene som ble funnet fra RSM målingene, samt verdien av c-aksen i de samme filmene basert på θ -2 θ målingene.

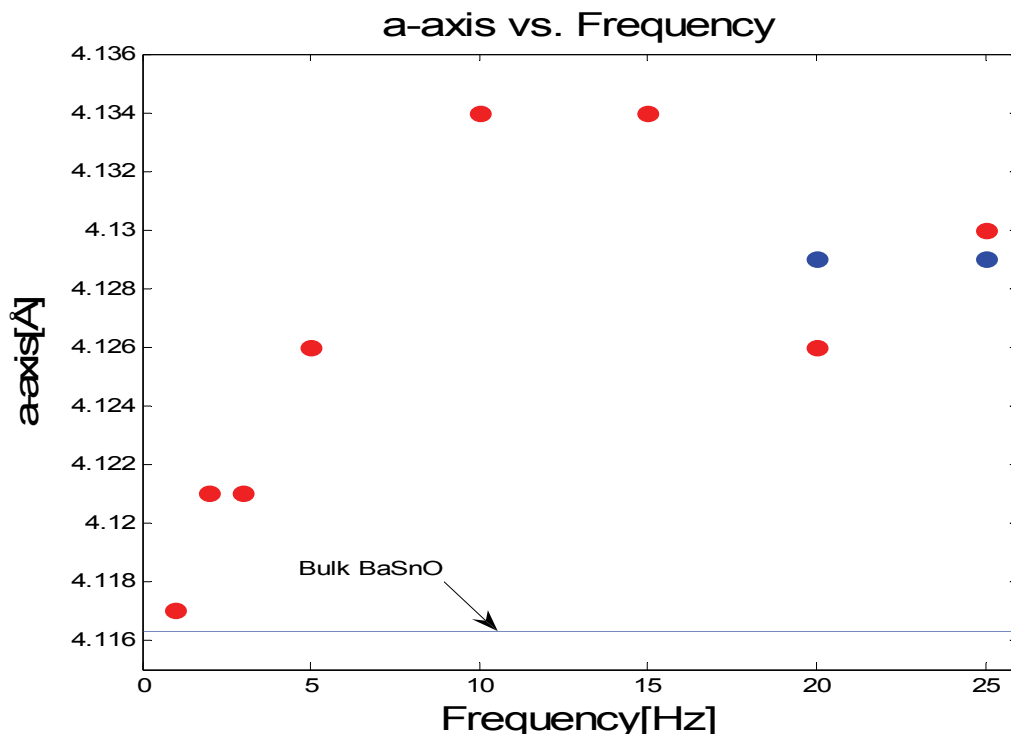


Fig 5.1.7: Rød=a-akse basert på RSM målinger av første laserfrekvensserie. Blå=a-akse basert på RSM målinger av den andre filmen dannet ved 25Hz(P70424) og den tredje filmen dannet ved 20Hz(P70502).

Figur 5.1.7 viser at a-aksen stiger ved en økende laserfrekvens. Det er ett avvik for de første filmene dannet ved 20Hz og 25Hz, der a-aksen har en trend mot en lavere verdi. Den andre filmen dannet ved 25Hz og den tredje filmen dannet ved 20Hz er mer i samsvar med trenden fra de andre filmene som viser en økende a-akse ved økende laserfrekvenser for så å flate ut ved frekvenser over 10Hz. Samtidig viser trenden at ved laserfrekvenser ned mot 0 vil verdien til a-aksen nærme seg verdien til a-aksen i 113 fasen til BaSnO (bulk BaSnO i figur 5.1.7).

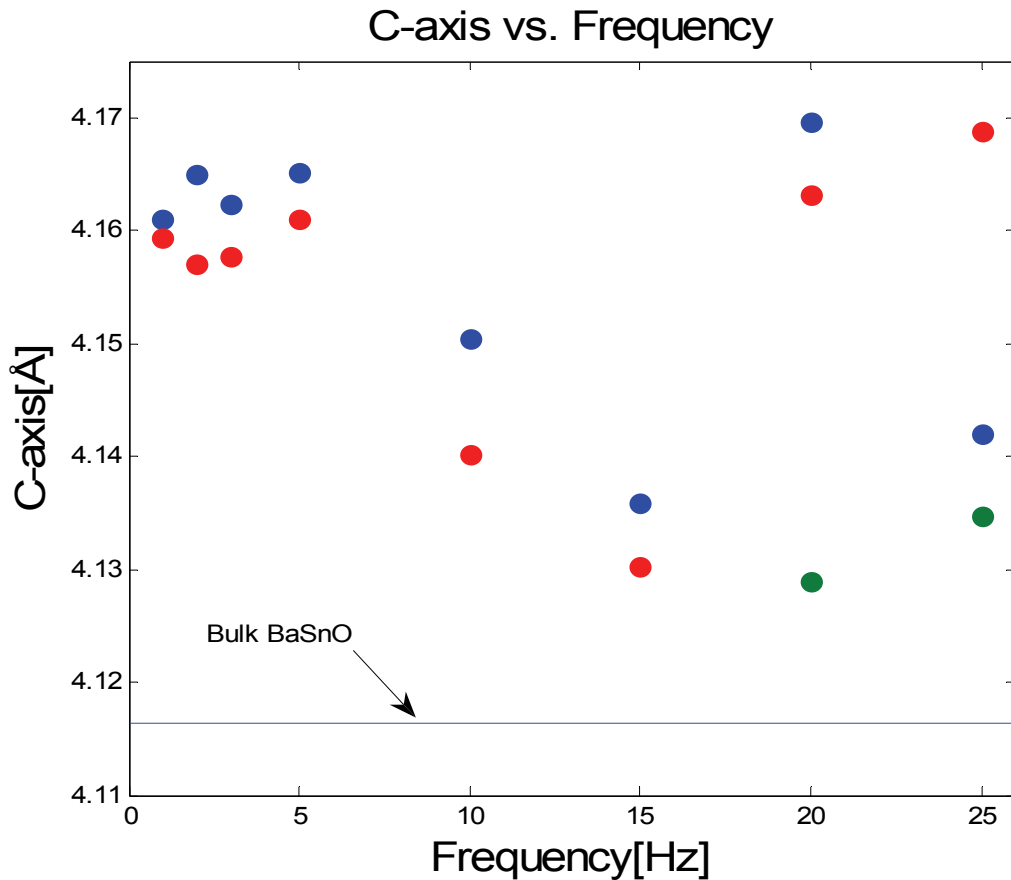


Fig 5.1.8: Rød=Data fra θ -2 θ måling av den første laserfrekvensserien, Blå=Data basert på RSM måling av den første laserfrekvensserien, Grønn=Data fra RSM målinger av den andre filmen dannet ved 25Hz(P70424) og den tredje filmen dannet ved 20Hz(P70502).

Figur 5.1.8 viser at c-aksen synker når laserfrekvensen øker. I figur 5.1.80 er det en tydelig trend at c-aksen funnet fra θ -2 θ måling (rød) er noe lavere enn den som ble funnet fra RSM målingene (bortsett fra de første filmene dannet ved 20Hz og 25Hz). RSM målingene er gjort mer nøyaktig (offset i målingene mer nøyaktig) slik at substrattoppen befinner seg nøyaktig ved $h=1$ og $l=3$. Man kan derfor forvente at resultatene fra RSM målingene er nøyaktigere enn resultatene fra θ -2 θ målingene. Det er et stort avvik i datapunktene funnet fra RSM måling og θ -2 θ måling av den første filmen dannet ved 25Hz. Dette skyldes antagelig unøyaktigheter i θ -2 θ målingen. RSM målingen bekrefter også funnene fra θ -2 θ målingene som indikerer at de andre og tredje filmene laget ved laserfrekvenser på 20Hz og 25Hz har en lavere c-akse enn de første filmene laget ved 20Hz og 25Hz.

Samtidig viser figur 5.1.18 at ingen av c-aksene er i nærheten av bulk verdien til BaSnO (d.v.s. verdien til c-aksen til 113 fasen til BaSnO).

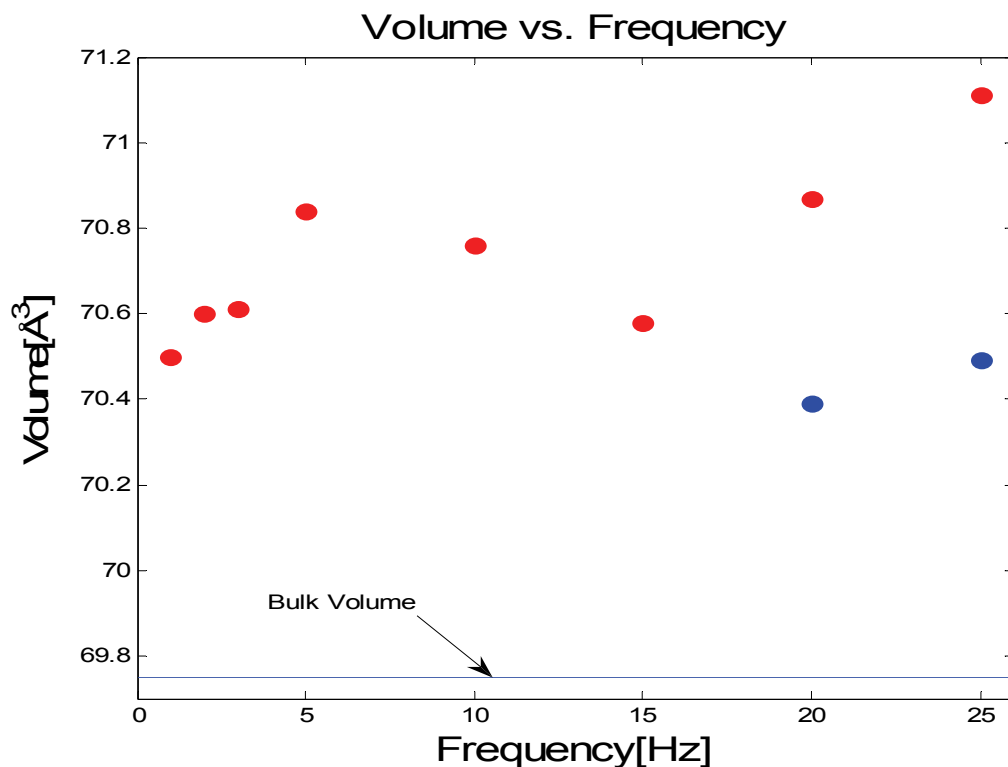


Fig 5.1.9: Rød=volum basert på RSM målinger av den første laserfrekvensserie. Blå=volum basert på RSM målinger av den andre filmen dannet ved 25Hz(P70424) og den tredje filmen dannet ved 20Hz(P70502).

Trendene fra figur 5.1.7 og 5.1.8 viser at c-aksen og a-aksen til har motsatte trender ved økende laserfrekvenser. Ved å anta at enhetscellen er kubisk i planet ble derfor volumet som funksjon av laserfrekvens plottet i figur 5.1.9(basert på RSM resultatene). Denne figuren viser ett tilnærmet konstant volum for enhetscellen ved forskjellige laserfrekvenser der volumet er $70.7 \text{ \AA}^3 \pm 0.3 \text{ \AA}^3$ (her er den første filmen dannet ved 25Hz ignorert). Dette viser at en konstant volumapproximasjon er en ganske god tilnærming for disse filmene. Volumet til 113 fasen er 69.75 \AA^3 og ligger dermed 1 \AA^3 under de målte verdiene.

5.1.4 Periodisiteten til fringe pattern

Med fringe pattern menes her små intensitetstopper som er plassert mellom satellittoppene. Disse toppene kan ha sin opprinnelse i satellittoppene eller de kan ha sin opprinnelse fra andre periodiske strukturer i filmen. I figur 5.1.10 er maksimum på satellittopper og fringe pattern markert for filmen som ble dannet med en laserfrekvens på 15Hz. I figur 5.1.11 og 5.1.12 er distansen mellom fringe patterns vist.

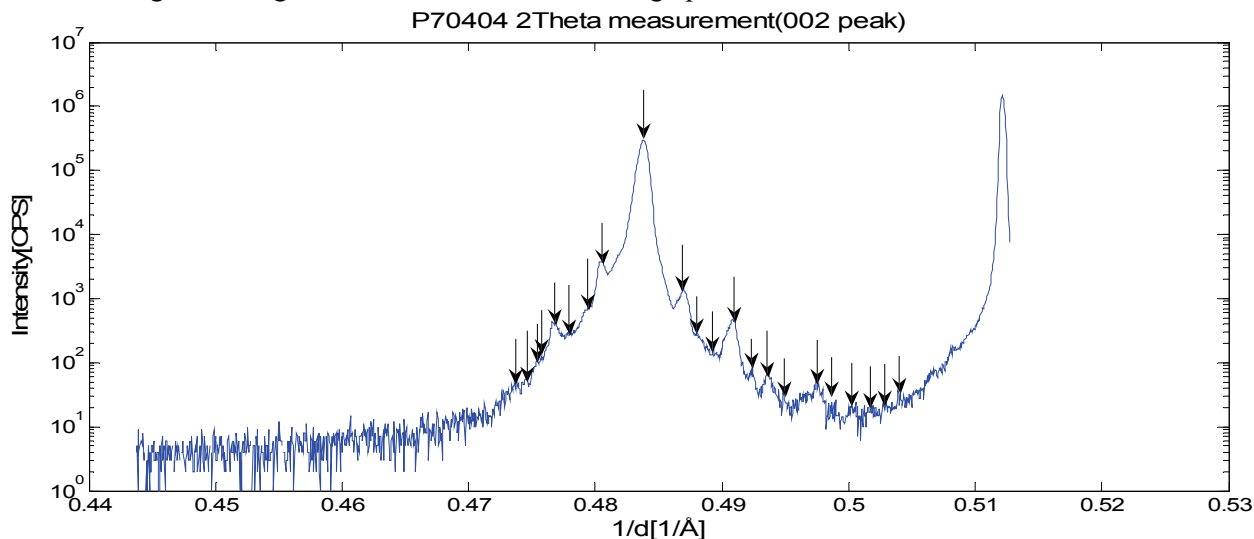


Fig 5.1.10: θ -2 θ måling av filmen dannet med en laserfrekvens på 15Hz. Pilene indikerer plassering av av satellittopper og fringe pattern.

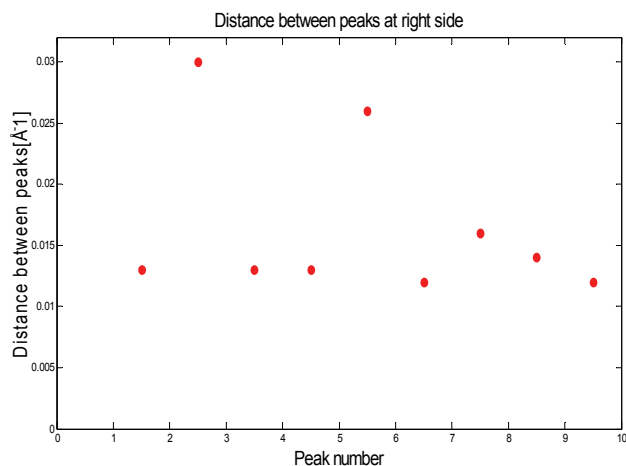


Fig 5.1.11: Periodisiteten til fringe pattern på høyre side av hovedloben.

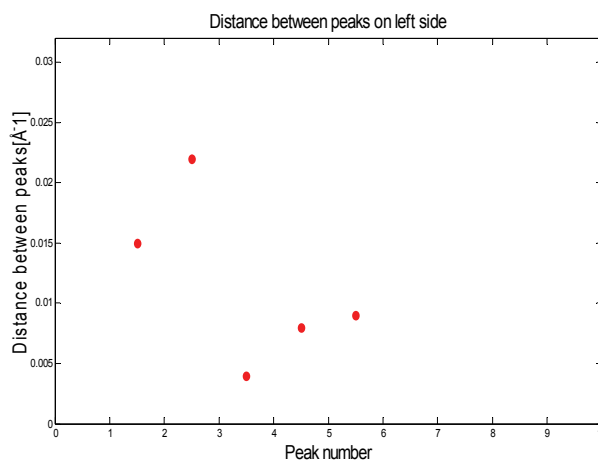


Fig 5.1.12: Periodisiteten til fringe pattern på venstre side av hovedloben.

Av figur 5.1.11 går det frem at avstanden mellom fringe patterns er omtrent $0,0013 \text{ \AA}^{-1}$. I figuren er det to avvik på $0,03 \text{ \AA}^{-1}$ og $0,026 \text{ \AA}^{-1}$ som antagelig skyldes at det eksisterer ett maksimum imellom som er for svakt til å detekteres. På venstre side av hovedloben vist i figur 5.1.12 er det atskillig mere spredning i periodisiteten. Dette skyldes at intensiteten til fringe patterns på venstre side av hovedloben er mye svakere og at det derfor er mye større usikkerhet knyttet til disse resultatene. Basert på disse resultatene er det tydelig at fringe patterns har en jevn periodisitet og at alle fringe patterns derfor har sitt opphav fra satellittoppene.

5.1.5 Sammenheng mellom lambda og laserfrekvens

I figur 5.1.13 er logaritmen til lambda ved det inverse av laserfrekvensen vist. Verdien til lambda er funnet fra (8) og basert på θ -2 θ målingene i figur 5.1.2.

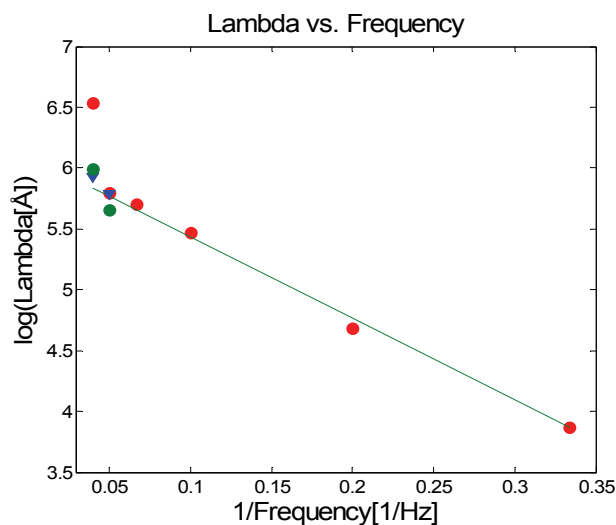


Fig 5.1.13: Lambda vs. Frequency (Rød=første laserfrekvensserie, blå=andre serie med 20Hz og 25Hz, grønn=tredje serie med 20Hz og 25Hz, grønn linje = L.S. solution)

For samtlige filmer (bortsett fra den første filmen dannet ved 25Hz) viser det seg lambda ved det inverse av laserfrekvensen danner en nesten rett linje. Basert på disse datapunktene ble det laget en Least Squares solution (L.S solution) som gir en sammenheng som i (9) der F er laserfrekvensen:

$$\log(\lambda) = 6.1 - \frac{6.7}{F} \quad (9)$$

Film P70222(2Hz), P70308(5Hz), P70309(10Hz) og P70318(15Hz) ble ikke deponert som en del av en serie. I figur 5.1.14 er [002] toppene til disse filmene vist og i figur 5.1.15 er $\log(\lambda)$ ved det inverse av frekvensen vist sammen med (9).

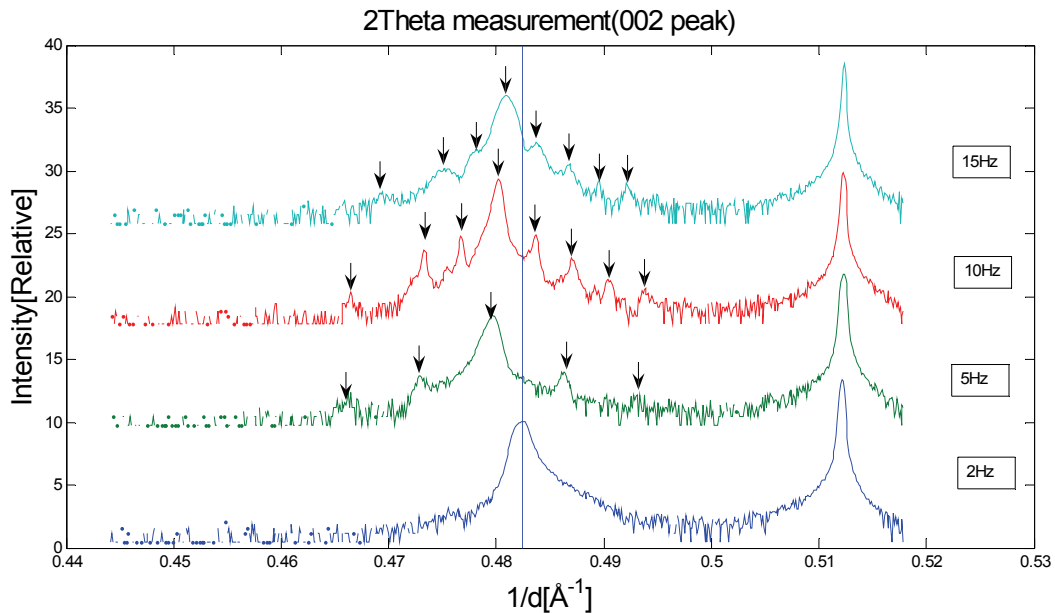


Fig 5.1.14: θ - 2θ måling av [002] toppen til film P70222(2Hz), P70308(5Hz), P70309(10Hz) og P70318(15Hz). Piler indikerer toppen på satellittoppene og hovedlober.

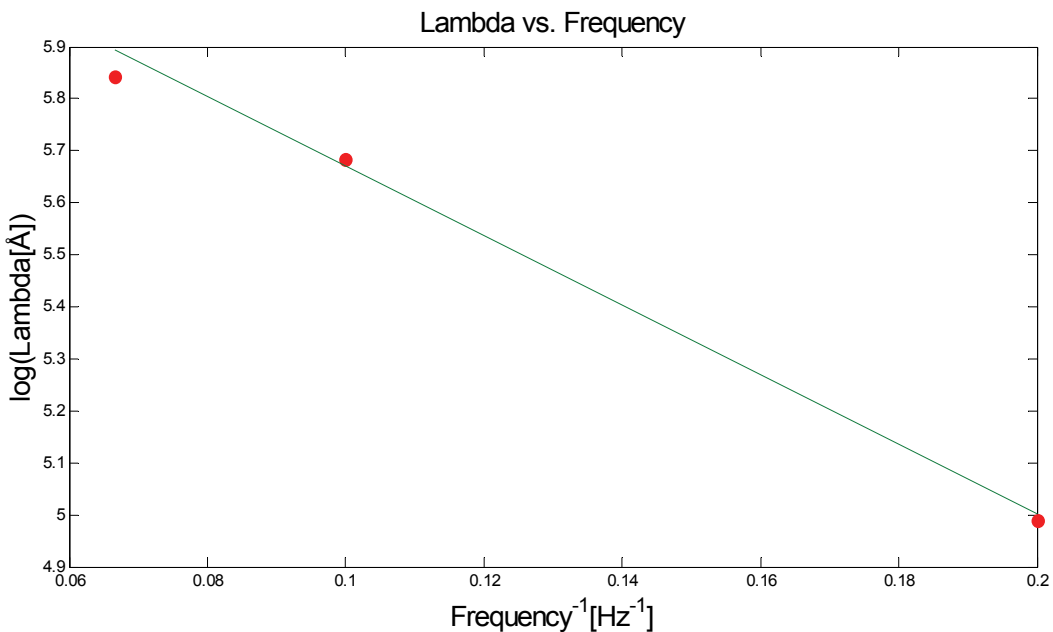


Fig 5.1.15: $\log(\lambda)$ ved det inverse av frekvensen for film P70308, P70309 og P70318(røde punkt). Grønn linje tilsvare $\log(\lambda) = 6.34 - \frac{6.7}{F}$.

Figur 5.1.14 viser at man kan se satellitter i θ - 2θ målinger for laserfrekvenser over 2Hz som før. Figur 5.1.15 er det tegnet inn en grønn linje som er parallell med (9). Det viser at filmene som ble dannet ved 5Hz, 10Hz og 15Hz danner en linje som er nesten parallell med (9). Filmene dannet med en invers laserfrekvens på 0.1 Hz^{-1} og 0.2 Hz^{-1} er dannet etter hverandre og λ for disse har nøyaktig samme trend som (9).

I figur 5.1.16 er deponeringsraten som funksjon av laserfrekvensen vist. Disse dataene er basert på RHEED målinger. Av figuren går det frem at deponeringsraten er relativt stabil med omtrent 0.8 Å pr. puls.

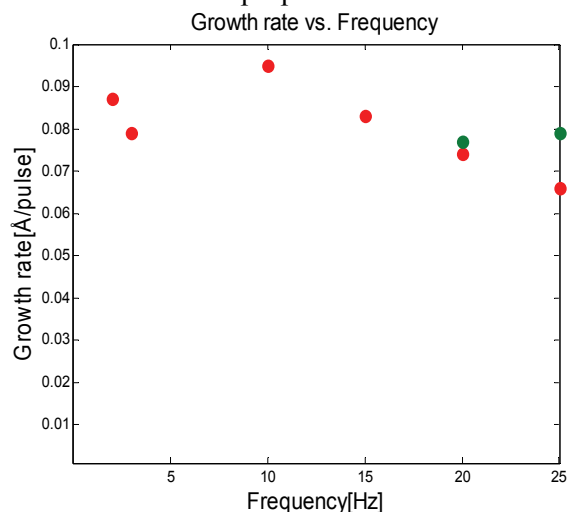


Fig 5.1.16: Vekstrate vs. frekvens

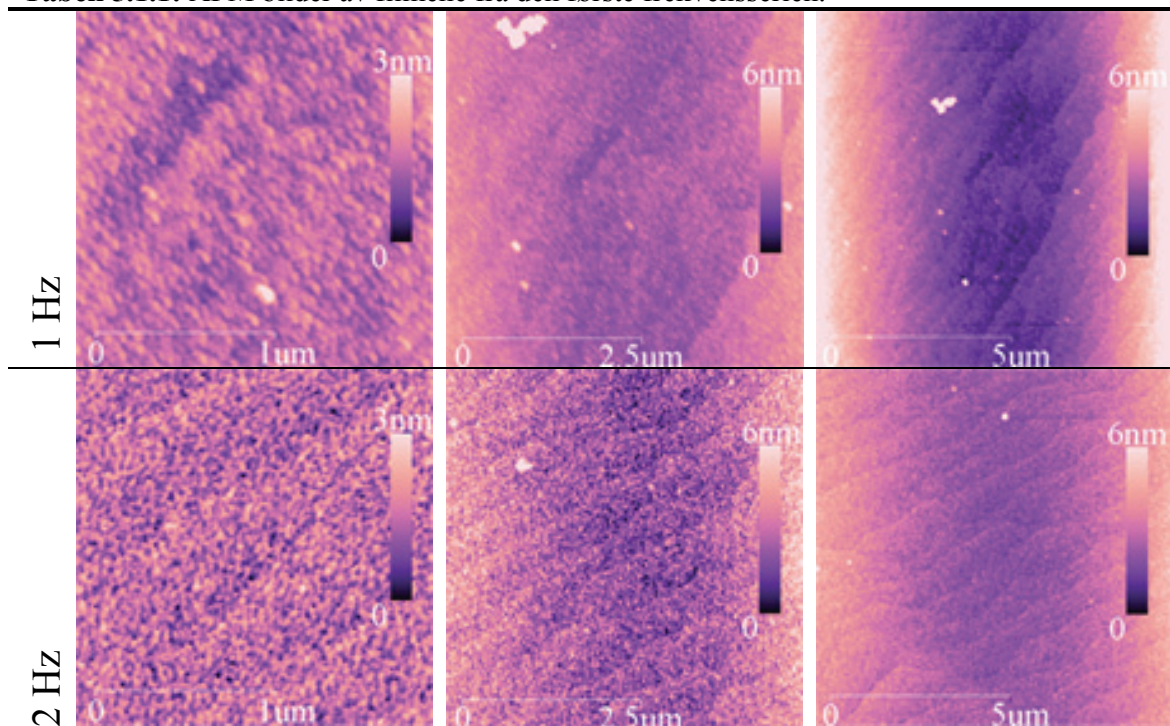
Rød=første laserfrekvensserie, grønn=andre serie ved 20Hz og 25Hz

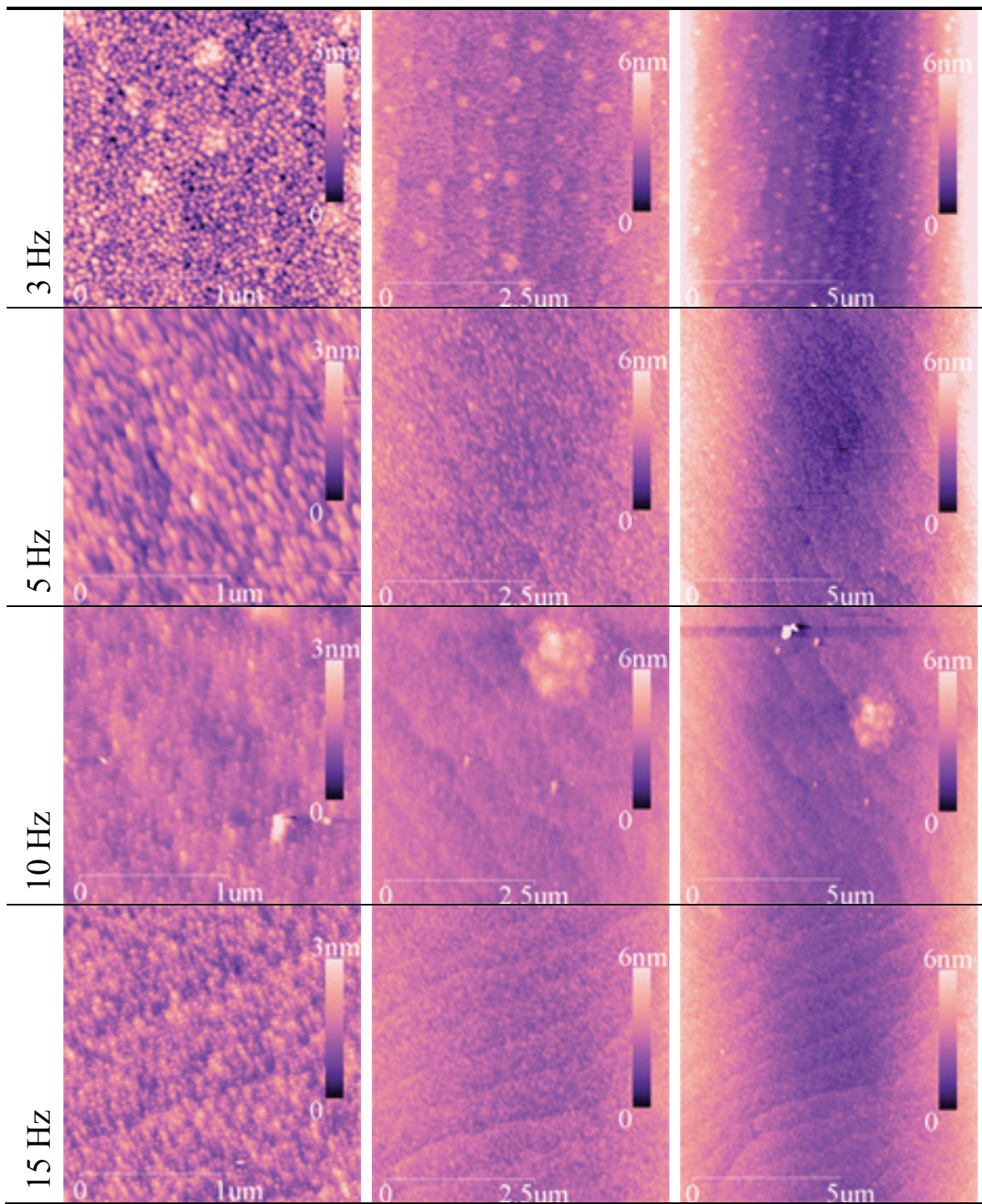
*Ingen RHEED data funnet for tredje serie ved 20Hz og 25Hz).

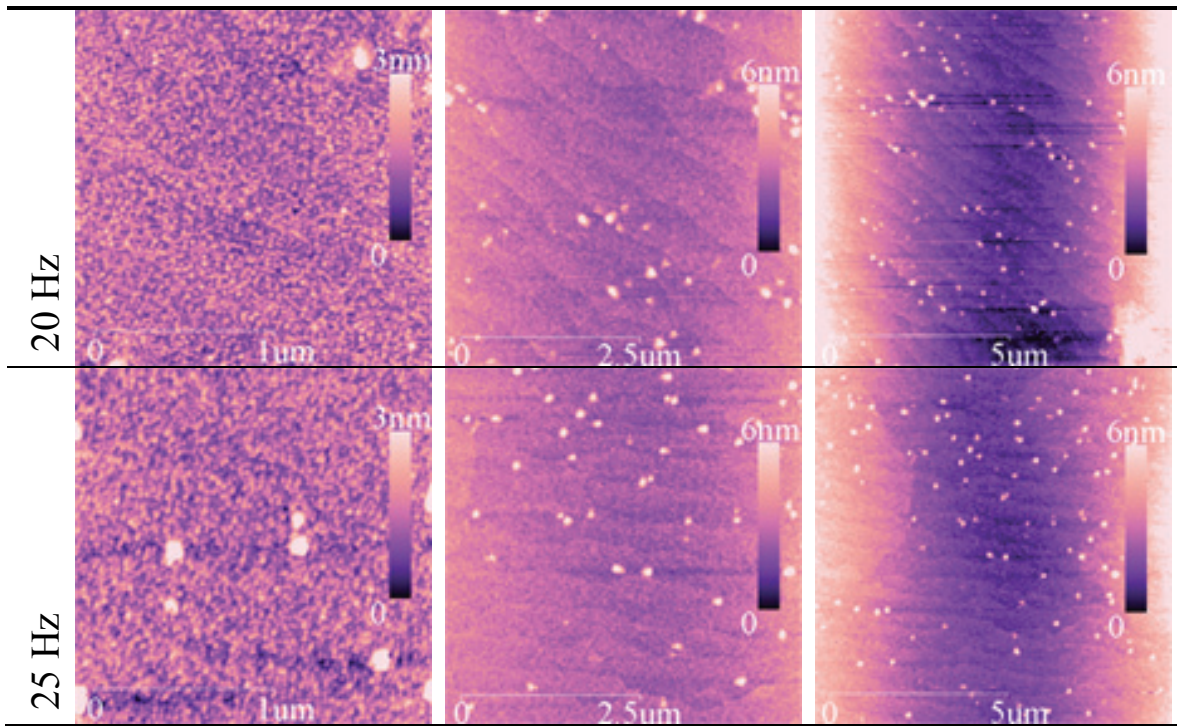
5.1.6 AFM bilder

I tabell 5.1.1 er AFM bilder av den første laserfrekvensserien vist. I tabell 5.1.2 er AFM bilder av de tre filmene dannet ved 20Hz vist og i tabell 5.1.3 er AFM bilder av de tre filmene dannet ved 25 Hz vist.

Tabell 5.1.1: AFM bilder av filmene fra den første frekvensserien.

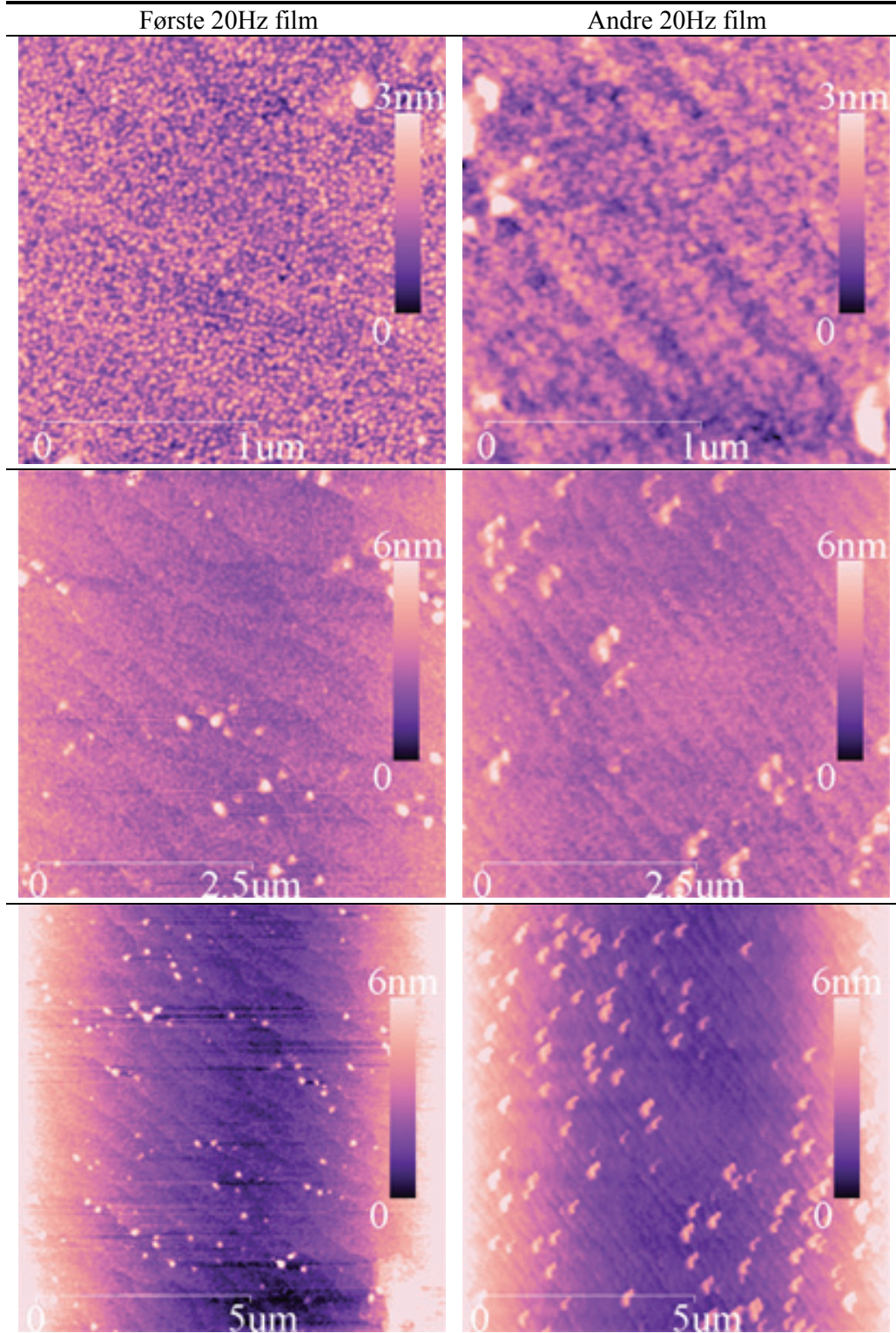






I tabell 5.1.1 kan man tydelig se terrasser på overflaten på samtlige filmer dannet ved forskjellig laserfrekvenser. Filmene laget med 3Hz, 20Hz og 25Hz har urenheter jevnt fordelt på overflaten, mens filmen dannet ved 10Hz har en større urenheter. Bortsett fra disse urenheterne er overflaten til filmene ganske like fra frekvenser på 1Hz til frekvenser på 25Hz.

Tabell 5.1.2: AFM bilder av filmer dannet ved 20Hz.



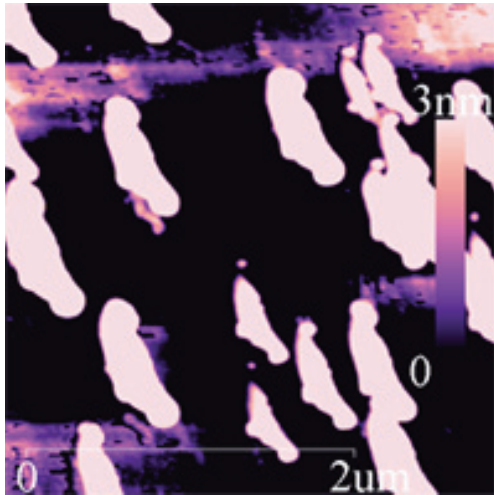
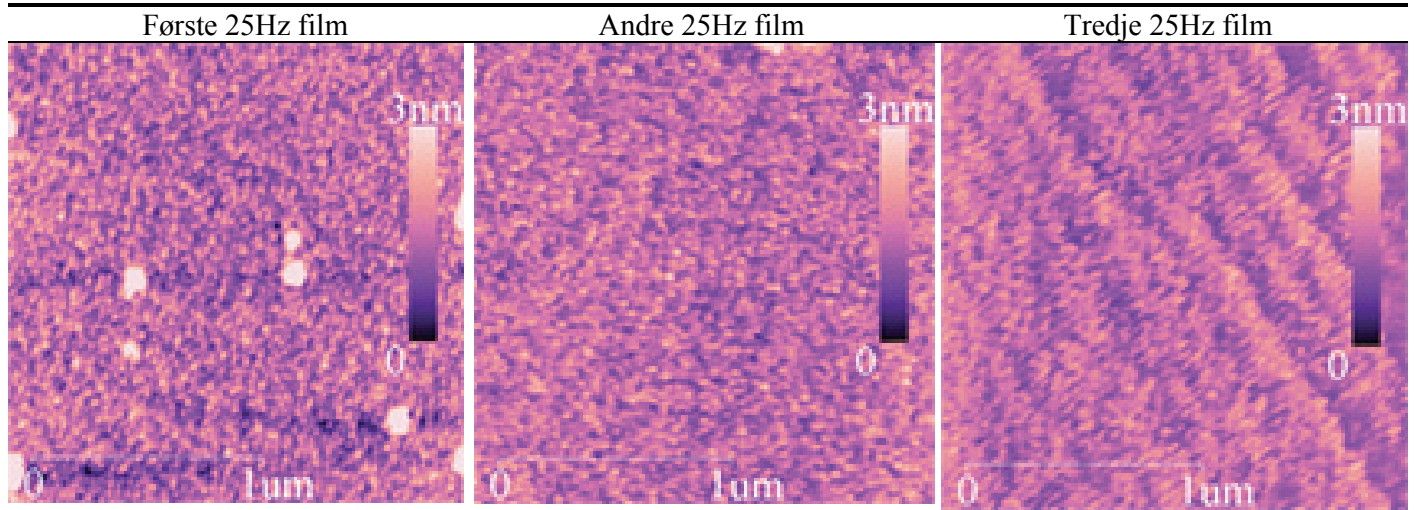
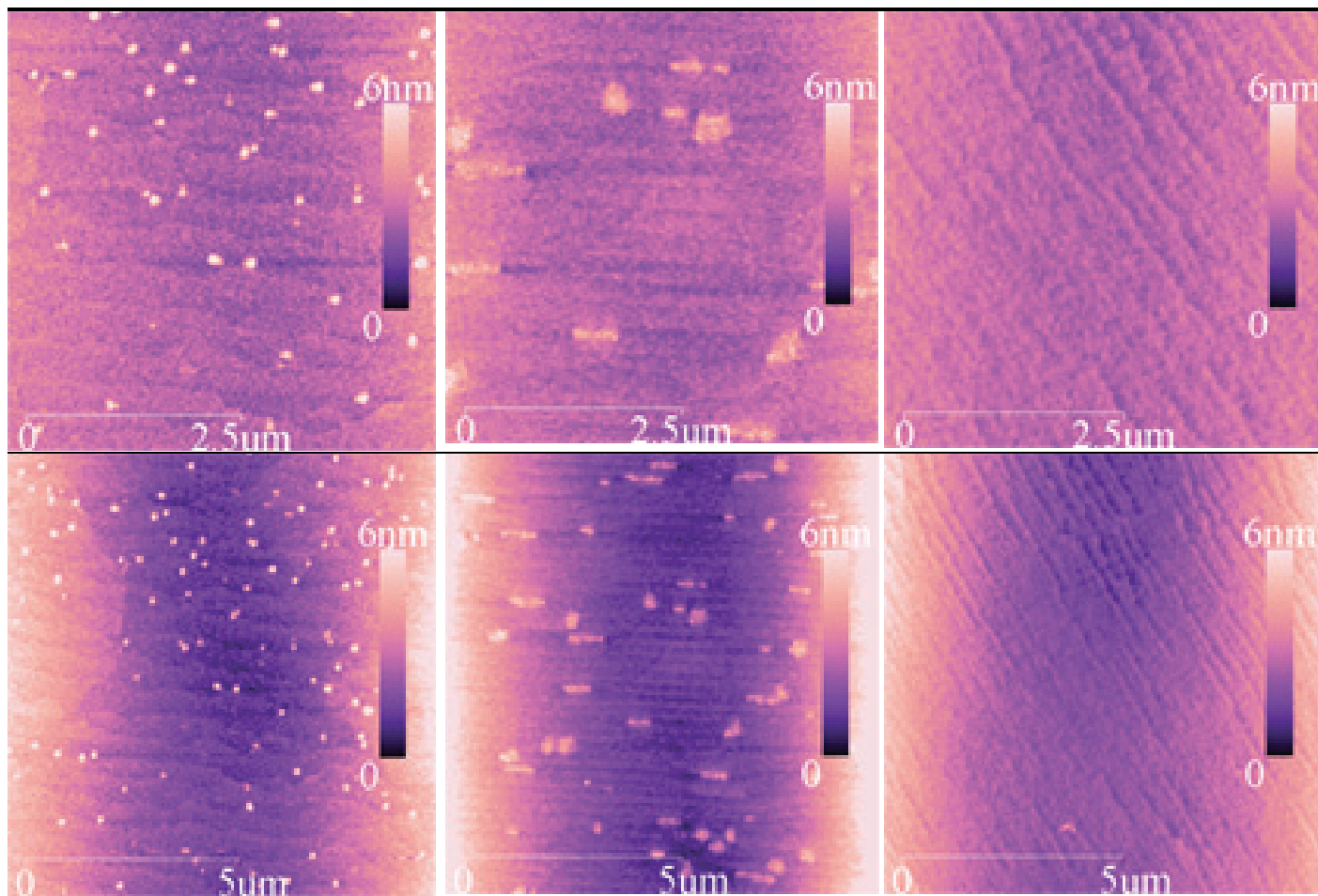


Fig 5.1.17: AFM bilde av tredje film dannet med 20Hz

Den 3 filmen som ble dannet med 20Hz viste seg å ha en del forurensning på overflaten (vist i figur 5.1.17). Denne forurensningen kan ha skjedd under XRD-måling eller XPS-måling slik at ett fullstendig sett med bilder av denne filmen ble ikke utført. De andre to filmene dannet ved 20Hz har overflater som er ganske like. Begge filmene har terrasser på overflaten samt noen urenheter som er fordelt utover overflaten på filmene.

Tabell 5.1.3: AFM bilder av filmer dannet ved 25Hz.





På den første og andre filmen dannet ved 25Hz er det noe urenheter jevnt fordelt over overflaten på filmen. Den tredje filmen har en del ujevne terrasser som kan skyldes feil i substratet. Ved en feil gjennomgikk noen av substratene kun annealing og ble ikke behandlet med en BHF løsning (Buffered HF, også kalt buffered oxide etch) for å fjerne oksygenforurensninger på overflaten. På grunn av dette kan overflaten til substratet ha en del urenheter som kan forklare strukturen til den tredje filmen.

5.1.7 XPS data fra laserfrekvensserien

Det ble gjort XPS målinger av filmene i den første laserfrekvensserien samt av BaSnO i pulverform (powder). Figur 5.1.18 viser resultatet av XPS målingene. Ba3d henviser til elektroner fra 3d skallet til Ba og Sn3d henviser til elektroner fra 3d skallet til Sn atomet.

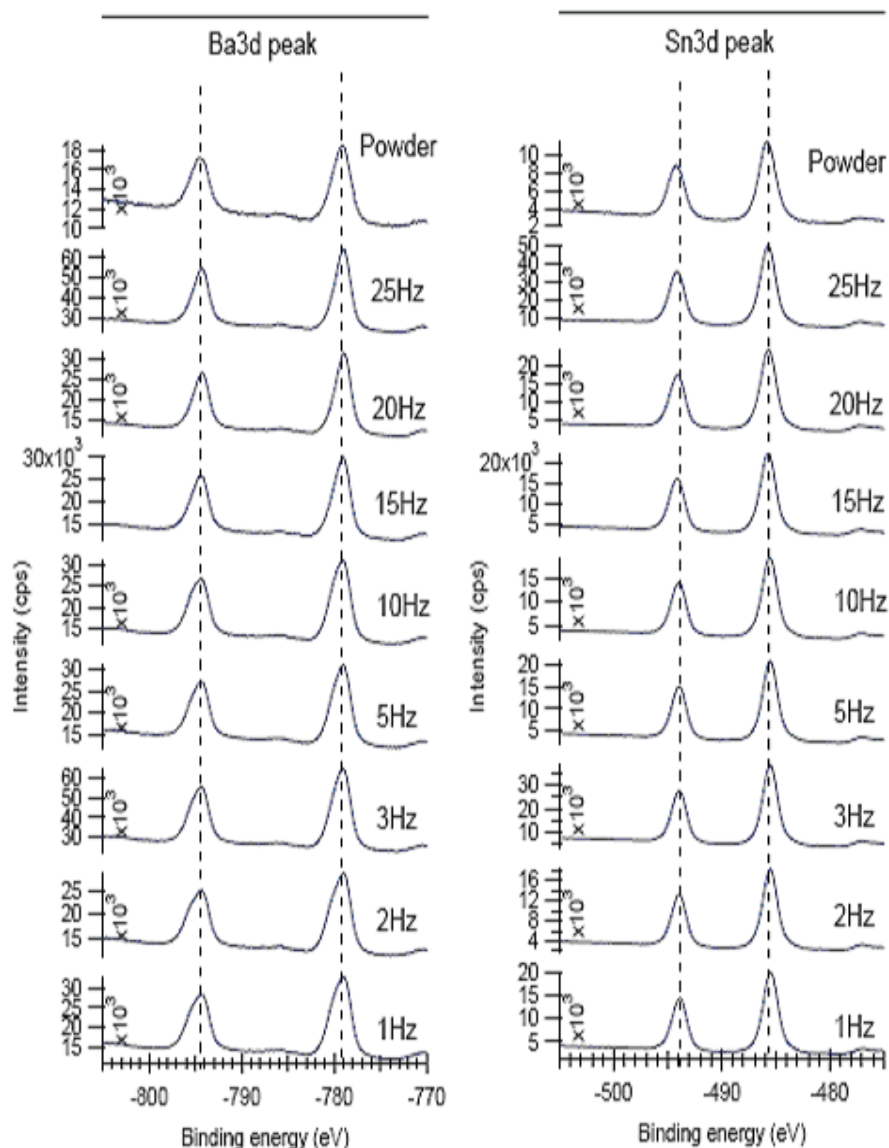


Fig 5.1.18: XPS målinger av filmene i den første laserfrekvensserien. Målingene ble gjort av Dr. R. Takahashi.

Figur 5.1.18 viser at toppene til Ba minker relativt til toppene til Sn etter hvert som laserfrekvensen øker.

Figur 5.1.19 viser det målte forholdet mellom Ba og Sn etter hvert som frekvensen øker (verdier basert på figur 5.1.18) i area ratio. Med area ratio menes her forholdet mellom arealet av kurvene for Ba og Sn i figur 5.1.18. Figur 5.1.20 viser det målte forholdet mellom Ba og Sn etter hvert som laserfrekvensen øker i intensity ratio. Med intensity ratio menes her forholdet mellom den maksimale intensiteten for Ba og Sn. Powder henviser her til forholdet Ba/Sn i pulver form.

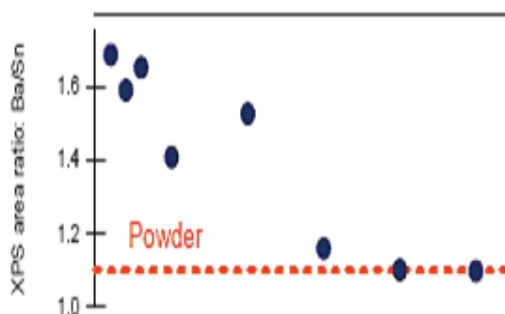


Fig 5.1.19: Forholdet Ba/Sn i area ratio (Dr. R. Takahashi)

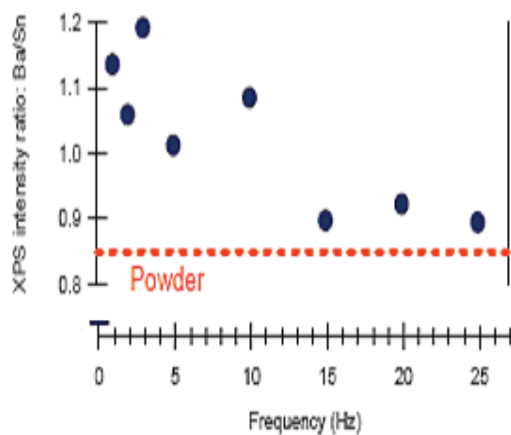


Fig 5.1.20: Forholdet Ba/Sn i intensity ratio (Dr. R. Takahashi)

Figur 5.1.19 og 5.1.20 viser at Ba/Sn innholdet i filmene i filmene minker når laserfrekvensen øker. I area ratio (fig 5.1.19) er forholdet Ba/Sn likt det til powder ved laserfrekvenser på 20Hz og 25Hz.

5.1.8 SIMS resultater fra laserfrekvensserien

SIMS målinger ble foretatt på filmene med laserfrekvenser på 1Hz, 10Hz, 25Hz og powder. Resultatene er vist i figur 5.1.21.

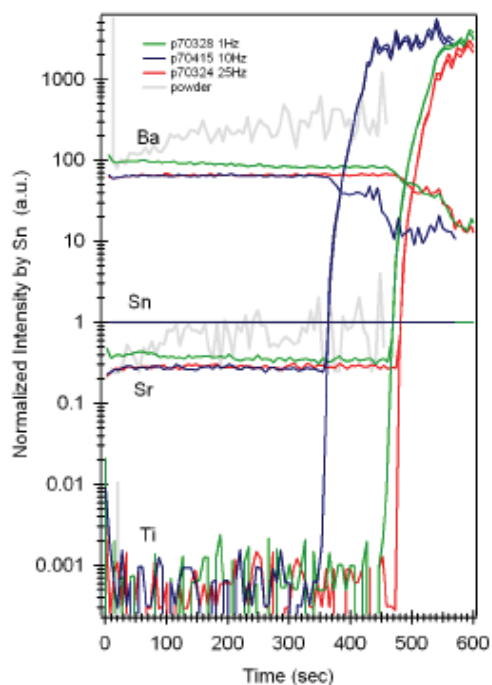


Fig 5.1.21: SIMS målinger av filmer i laserfrekvensserien ved 1Hz, 10Hz, 25Hz og powder. (Verdier er normalisert i forhold til Sn)

I figur 5.1.21 ser man at forholdet mellom Ba og Sn er konstant igjennom hele filmen. Dette indikerer at vi har en uniform oppbygning av filmen. Etter 350, 450 og 470 sekunder får vi vertikale streker i figuren som indikerer at SIMS målingen er foretatt igjennom hele filmen.

I tillegg til Ba og Sn har vi Sr tilstede i figur 5.1.21. Dette tyder på at kildematerialet inneholder forurensning av Sr

5.1.9 Diskusjon til serien med filmer dannet ved forskjellig laserfrekvens

En mulig årsak til satellittoppene i θ -2 θ målingene kan være at filmene er bygd opp som ett supergitter. Satellittoppene kunne da forklares ved at to forskjellige strukturer bestående av for eksempel BaO og SnO gjentok seg med samme periodisitet igjennom filmen. Dersom man tar utgangspunkt i filmen dannet med en laserfrekvens på 3Hz har den en λ på omtrent 55Å. Tykkelsen på denne filmen er 284nm, hvilket innebærer at supergitteret ville bestå av over 50 lag. Tykkelsen på hvert lag måtte være likt for alle lagene siden satellittoppene i θ -2 θ målingene er såpass tydelige. Dersom tykkelsen på lagene skulle være forskjellig kunne man forvente brede satellittopper med liten intensitet, eller ingen satellittopper. Det er vanskelig å gi en god forklaring på hvilke effekter under veksten som skulle kunne kontrollere periodisiteten på dette supergitteret så nøyaktig. Det er derfor lite trolig at satellittoppene i θ -2 θ målingene skyldes at filmene er bygd opp som supergitter.

En annen mulighet er at satellittoppene skyldes vekst av en annen fase enn 113 fasen. θ -2 θ målingene foretatt rundt [001] toppene til filmene indikerer at filmene er bygd opp i [001] retning. Det går også frem fra rockingcurve målingene at det ikke noen ekstra intensitetstopper rundt [001] toppen, hvilket kunne være tilfelle dersom filmene ikke var bygd opp i [001] retningen. I oksider er det bare Ruddlesden Popper serien, Dion Jacobsen serien og Aurivillius fasene som er bygd opp i [001] retningen. Dion Jacobsen serien og Aurivillius fasene trenger ett atom fra et annet materiale i tillegg til Ba, Sn og O atomene. SIMS resultatene viser at oppbygningen av filmene er uniform ved alle laserfrekvenser og at kildematerialet og filmer har Strontium forurensninger. Siden strontiumatomer er tilstede kunne filmen vært bygd opp som en del av Dion Jacobsen serien eller Ruddlesden Popper serien. Den kan ikke være bygd opp som en del av Aurivillius fasene da vi ikke har Bi-atom tilstede i filmene.

I Dion Jacobsen serien er forholdet mellom Ba/Sn det motsatte av det man har i Ruddlesden Popper serien etter hvert som n øker. Ruddlesden Popper serien har en oppbygning lik $A_{n+1}B_nX_{3n+1}$ hvilket innebærer at Ba-innholdet(A) er større enn Sn-innholdet(B) og at denne differansen minker relativt når n øker(laserfrekvensen øker). Dette er i samsvar med XPS resultatene(figur 5.1.19 og figur 5.1.20) og gir derfor en sterk indikasjon på at oksidet er bygd opp som en del av Ruddlesden Popper serien.

Tidligere er Ruddlesden Popper enhetsceller dannet med PLD ved å benytte flere forskjellige kildematerialer og styre deponeringen fra disse. I denne oppgaven benyttes bare ett kildemateriale og Ruddlesden Popper enhetscellen vil da være bygget opp uten å kontrollere tilførselen av forskjellige typer adatomer.

En tydelig trend som kan indikere hvordan materialet bygges opp ser man i figur 5.1.13. Denne figuren gir en sterk indikasjon på at det er en logaritmisk sammenheng mellom laserfrekvensen og λ . Det eneste datapunktet som ikke stemmer rimelig bra med denne trenden er λ fra den første filmen som ble dannet med en laserfrekvens på 25Hz. En forklaring som delvis kan forklare dette er at satellittoppene i denne filmen ligger så nærme hovedloben i θ -2 θ målingene at avlesningen av λ blir unøyaktig. Fra disse resultatene virker det som λ øker i takt med raten som adatomene blir tilført substratet pr. tid(deponeringsraten). En høy laserfrekvens vil da øke tilførselen av adatom og dermed øke λ .

Siden 1Hz og 2Hz filmene ikke har satellittopper kunne det tenkes at de var bygd opp av 113 fasen til BaSnO, men siden disse filmene er omtrent 300 nm tykke skulle man da forvente at c-aksene og a-aksene nærmet seg bulk verdien til BaSnO(d.v.s. at man skulle forvente at filmene var uten strain). Dette er ikke tilfelle og kan tyde på at disse filmene ikke er bygd opp av 113 fasen til BaSnO selv om de ikke har noen satellittopper i θ -2 θ målingene.

Figur 5.1.8 viser at alle c-aksene er høyere enn bulk-verdien og samtidig viser det seg å være en klar trend mot en lavere c-akse ved økende laserfrekvenser/ λ .

På bakgrunn av disse resultatene er det derfor sannsynlig at filmene er bygd opp som i Ruddleden Popper serien og en økning av laserfrekvensen vil øke n . Ved å ta utgangspunkt i at en økning av λ ved økende laserfrekvenser skyldes en økt deponeringsrate er det derfor mulig å forutsi at λ vil øke når:

-lasereffekten øker/minker

En økning i lasereffekten kan minke/øke deponeringsraten avhengig av størrelsen på fokus (eks. vist i figur 4.1.3). En endring av deponeringsraten vil da også endre λ på samme måte som en endring i laserfrekvensen.

-redusering av oksygentrykk

Når oksygentrykket minker vil utbredelsen til plasmaskyen øke, noe som kan øke deponeringsraten og dermed øke λ .

-redusering av avstanden mellom substrat og kildematerialet

Når denne distansen minker vil substratet bli plassert lenger inn i plasmaskyen som igjen vil øke deponeringsraten.

Av de tre filmene som ble dannet med laserfrekvenser på 20Hz er det bare den første filmen som viser en høy c-akse. Siden dette bare gjelder én film ved denne frekvensen kan man forvente at den høye c-akse skyldes mange krystallinske defekter i denne filmen. Det kunne tenkes at strontiumforurensningene i kildematerialet kan være årsaken til disse avvikene i verdien til c-aksene da disse vil skape defekter i oksidet. En annen mulig årsak til disse krystallinske defektene kan være ujevnheter på overflaten av kildematerialet. Etter hvert som man deponerer filmer vil ujevnheter på overflaten på kildematerialet øke. Dette gjelder spesielt i kantene på scanneområdet til kildematerialet der scanningen stopper for så å endre retning. Kantene på scanneområdet blir derfor utsatt for ekstra mange laserpulser og blir derfor raskere slitt ned. Spesielt ved høye frekvenser vil ett stort antall pulser treffe kantene på scanneområdet og ujevnheter som oppstår her vil påvirke utbredelsen av plasmaskyen og dermed deponeringsraten. Det kan tenkes at en slik endringen i deponeringsraten kan generere krystallinske defekter.

Samtlige AFM bilder viser terrasser på overflaten. Disse terrassene samsvarer med terrassene på substratet og det er tydelig at de er blitt dannet under lag for lag vekst eller step flow vekst. Både de første og andre filmene dannet ved 20Hz og 25Hz har urenheter jevnt fordelt på overflaten. Det kan tenkes at disse urenheter skyldes en effekt som oppstår ved høye laserfrekvenser. Ellers har også 3Hz prøven en del urenheter på overflaten, men disse urenheter er noe større og kan derfor skyldes andre forhold.

5.2 Temperaturserie

5.2.1 θ - 2θ målinger

Figur 5.2.1 viser θ - 2θ målingen av [001] toppen til filmer med substrattemperaturer (T_{sub}) på 465°C, 550°C, 635°C, 707°C og 786°C. I Denne figuren er alle θ - 2θ målinger normalisert til hverandre slik at intensiteten og plasseringen av toppen til substratet er den samme for alle filmer.

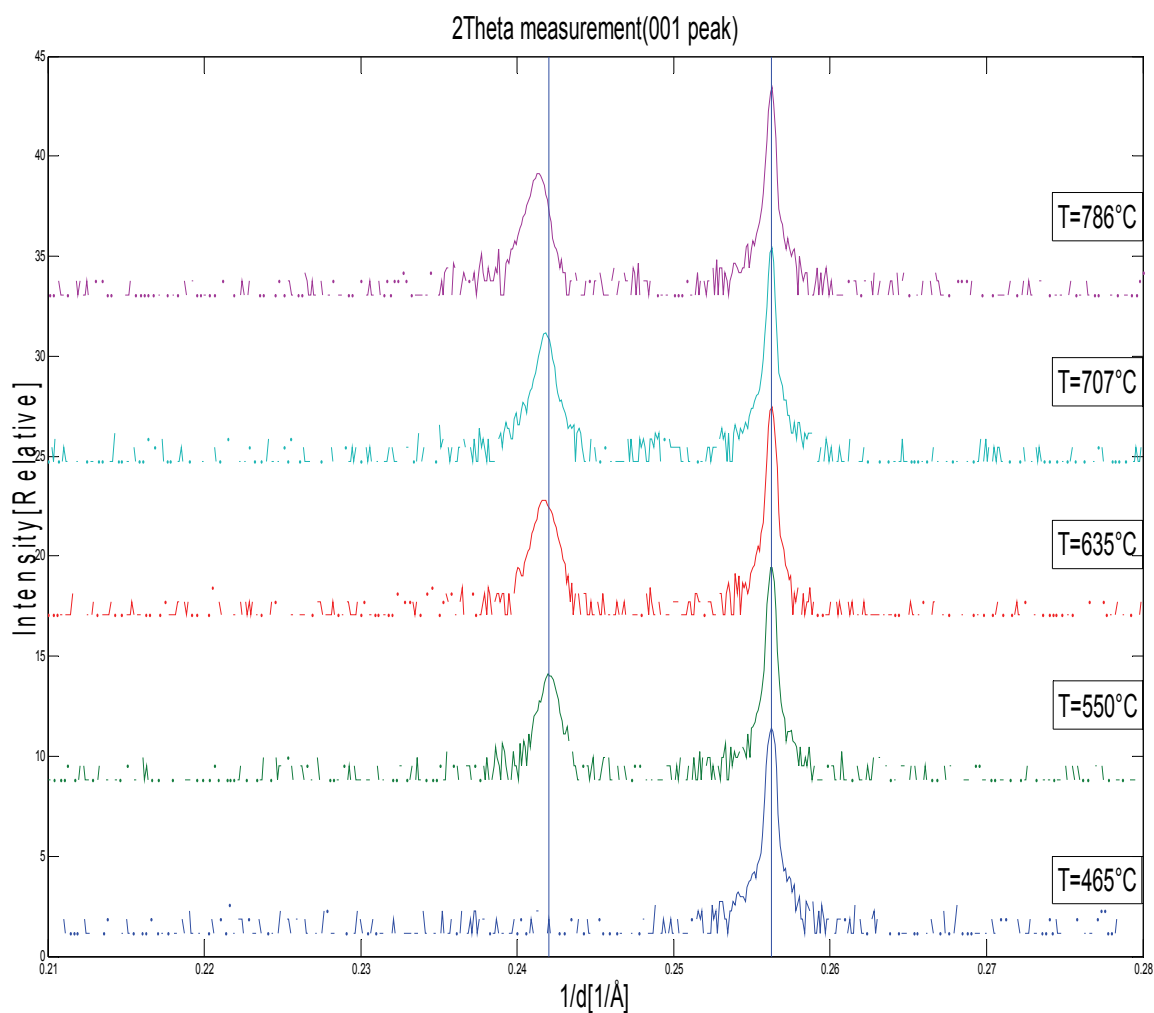


Fig 5.2.1: θ - 2θ målinger av [001] toppen til filmer ved forskjellig substrattemperatur.

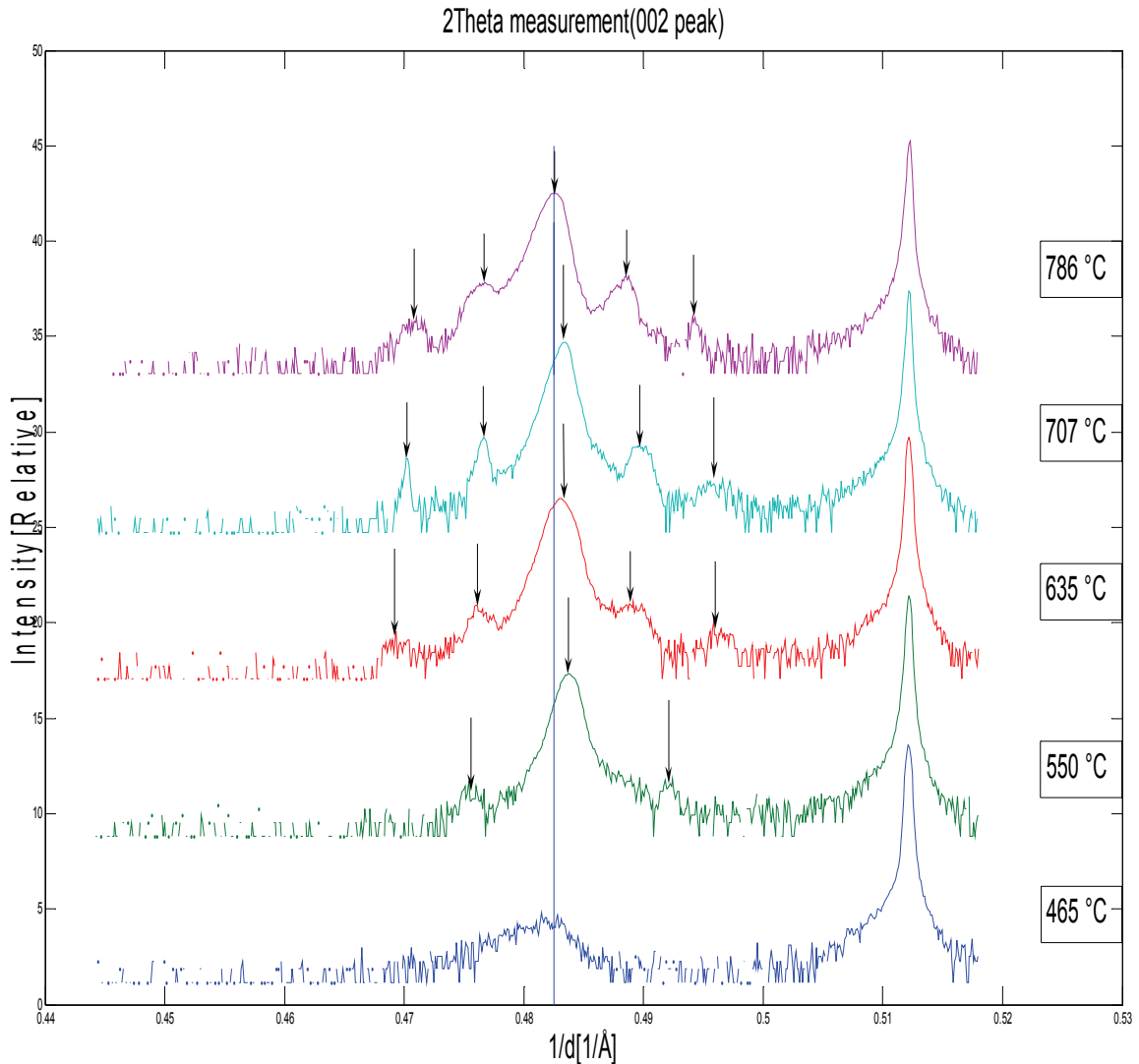


Fig 5.2.2: θ - 2θ målingen av [002] toppen til filmer ved forskjellig substrattemperatur. Pilene indikerer toppen til hovedlobene og satellittoppene.

Fra θ - 2θ målingene av [002] toppene ser man tydelige satellittopper i alle filmer bortsett i filmen som ble dannet med en substrattemperatur på 465°C. Denne toppen er veldig bred og har lav intensitet i forhold til de andre filmene, hvilket tyder på at den krystallinske oppbygningen til denne filmen er dårlig. Av denne målingen ser man også at satellittoppene til filmene nærmer seg hovedlobene etter hvert som T_{sub} øker. Dette innebærer en økning av λ med temperatur.

Fra θ - 2θ målingene av [001] toppene ser man at c-aksen til filmene omtrent lik for alle filmene opp til en temperatur på 786°C der den har en liten økning.

5.2.2 Data fra temperaturserien

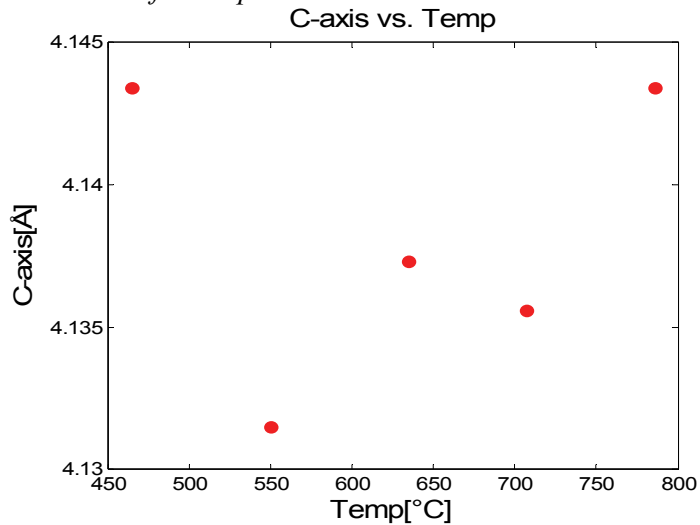


Fig 5.2.3: C-akse som funksjon av T_{sub} .
(C-akse verdien ved 465°C ble estimert fra [002] toppen)

Figur 5.2.3 viser en trend der c-aksen stiger gradvis med temperaturen. Datapunktet ved 465°C skyldes en dårlig krystallinsk kvalitet og er derfor ignorert i denne trenden.

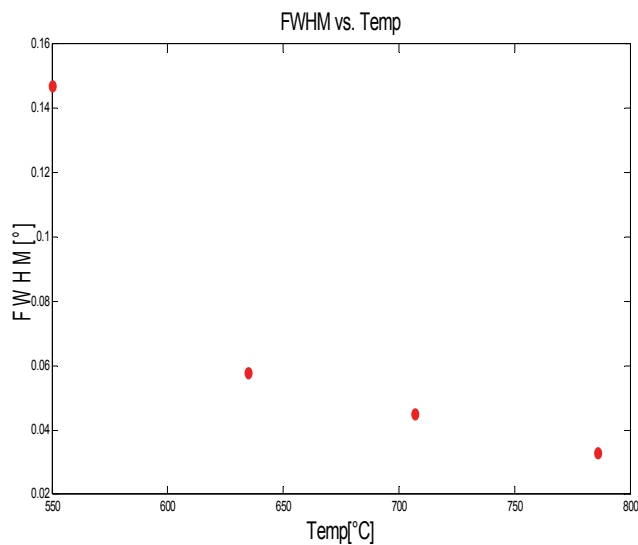


Fig 5.2.4: FWHM som funksjon av temperatur.

FWHM i disse filmene har en jevn trend mot en lavere verdi ved høyere temperaturer. Dette indikerer at den krystallinske kvaliteten øker når temperaturen øker.

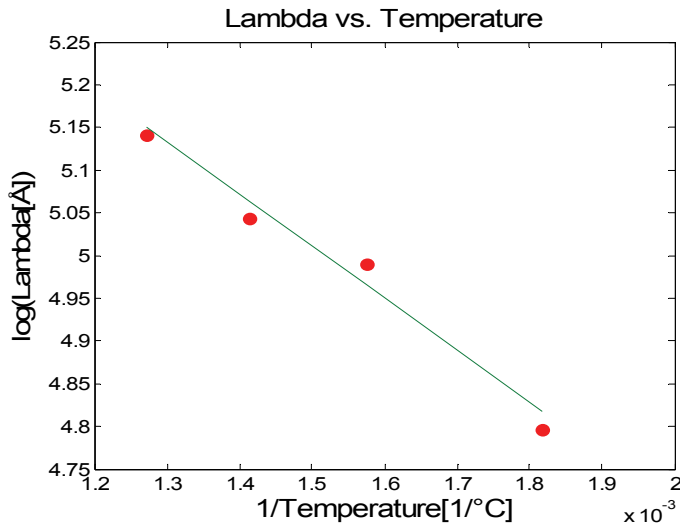


Fig 5.2.5: Log(Lambda) som funksjon av det inverse av temperaturen. (Rød = data, Grønn = L.S solution).

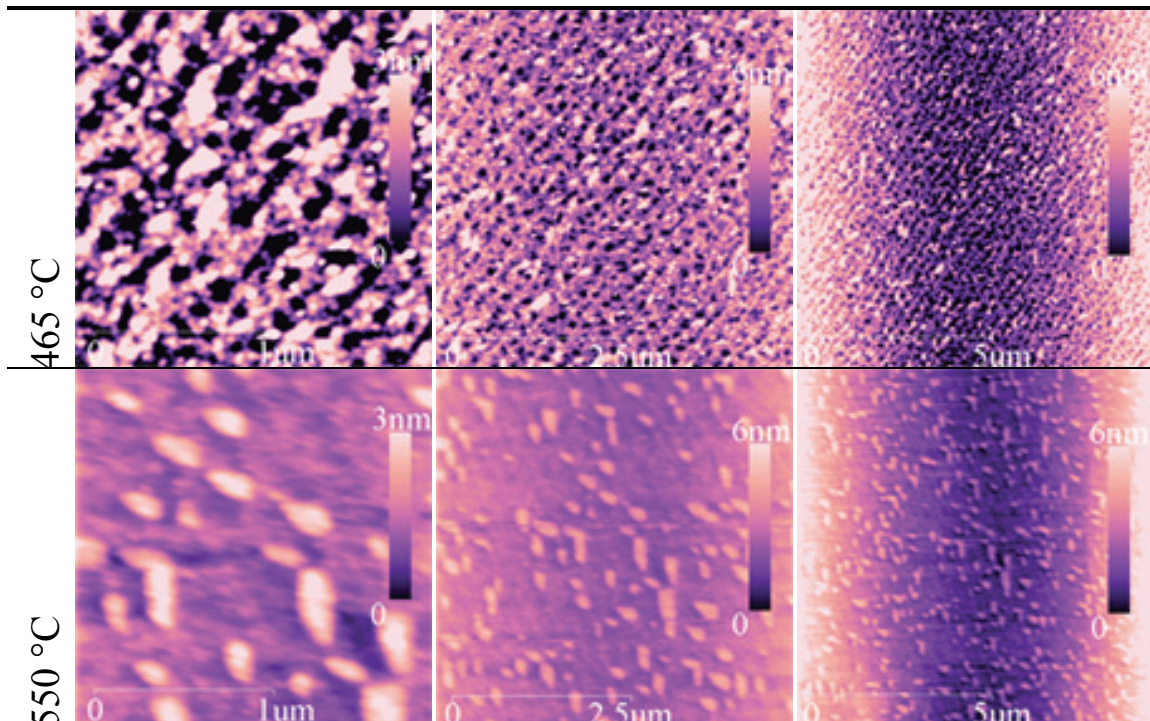
Figur 5.2.5 indikerer at det er en logaritmisk sammenheng mellom lambda og T_{sub} . Det ble på bakgrunn av dette laget en L.S solution (10), som er vist som grønn linje i figur 5.2.5.

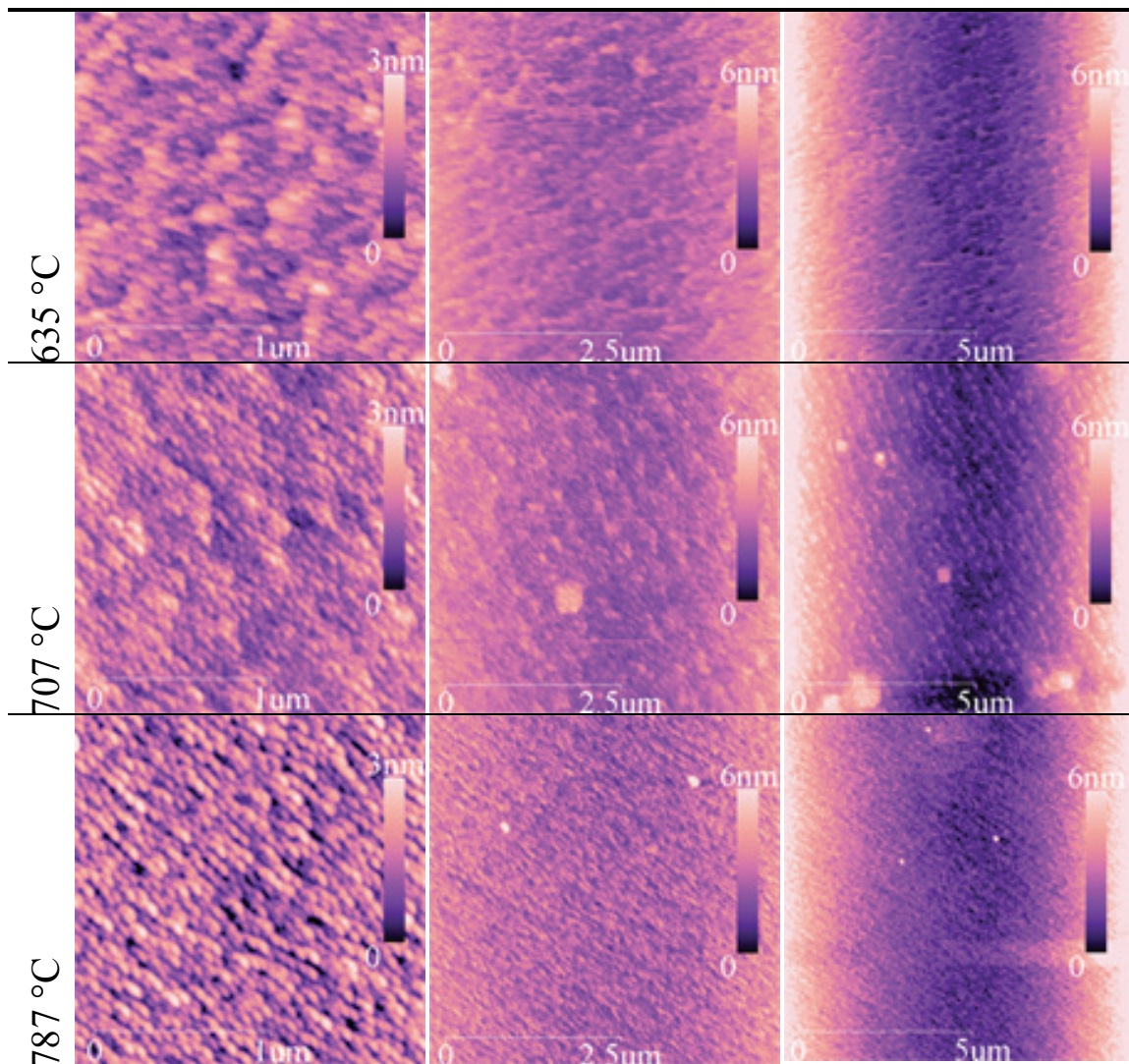
$$\log(\lambda) = 5.9 - \frac{610.6}{T_{Sub}} \quad (10)$$

5.2.3 AFM bilder

I tabell 5.2.1 er AFM bilder av filmene som ble dannet med forskjellig T_{sub} .

Tabell 5.2.1: AFM bilder av filmer med forskjellig T_{sub} .





Samtlige AFM bilder viser at overflaten i temperaturserien er mye mer ujevn. På filmene dannet med T_{sub} på 635°C og 707°C kan man se antydning til terrasser, men disse terrassene har mye øy-vekst. Filmen dannet ved T_{sub} på 550°C har urenheter jevnt fordelt utover overflaten. På filmen dannet med T_{sub} på 465°C kan man se antydninger til terrasser, muligens fordi filmen er tynn. Fra substrattemperaturer på 635°C til 787°C kan man se en gradvis økning av øyene på overflaten av filmene ved en økning av temperatur.

5.2.4 Diskusjon til temperaturserien

θ - 2θ målingene av [002] toppene indikerer igjen at filmene består av en lagdelt struktur og er dermed sannsynligvis en del av Ruddlesden Popper serien. Fra (10) finner man liten økning i lambda ved en økning i temperatur. En mulig forklaring på økningen i lambda (og dermed n i Ruddlesden Popper serien) ved en økning av temperatur (som vist i figur 5.2.5) kan man få ved å ta diffusjonskoeffisienten i betraktning. Diffusjonskoeffisienten er gitt i (1) og har en logaritmisk sammenheng med temperaturen på samme måte som den som ble observert i (10). Fra laserfrekvensserien vet vi at lambda øker med deponeringsraten og det er derfor nærliggende å anta at en økning i diffusjonen til adatomene vil også kunne øke lambda. Ved å anta en slik sammenheng kan man finne aktivasjonsenergien (E_A) til diffusjonen som i (11).

$$D_s \sim \text{Lambda} = e^{5.9273 - 610.6217 \cdot \frac{1}{T}} = 375 \cdot 1e^{-\frac{610.6}{T}} = 375 \cdot 1e^{-\frac{0.05262 \text{ eV}}{k_B T}} \quad (11)$$

Aktivasjonsenergien til diffusjonen ble basert på dette funnet til å bli 0.05262 eV og viser til energien som må overstiges for at atomene kan diffundere. Vanligvis er aktivasjonsenergien til diffusjonen på noen elektronvolt [11] og det er derfor usikkert om dette virkelig er aktivasjonsenergien til diffusjonen eller en annen konstant.

Deponeringsraten til disse filmene ble ikke funnet og det er derfor usikkert om den er konstant for alle filmene, eller om den varierer med lambda som i laserfrekvensserien. Da oppbyggingen av Ruddlesden Popper serien i laserfrekvensserien er knyttet til deponeringsraten er det naturlig å anta at overgangen mellom kontinuerlig og "ikke kontinuerlig" deponering kan ha betydning for denne oppbyggingen. At oppbyggingen av Ruddlesden Popper serien har sitt opphav i en slik overgang er tvilsomt siden n øker med både temperatur og laserfrekvens. Høyere laserfrekvenser øker sjansen for kontinuerlig deponering mens høyere temperaturer minker sjansen for kontinuerlig deponering ved at diffusjonstiden minker.

I figur 5.2.3 ser man at c-aksen til filmen øker når lambda øker, mens i laserfrekvensserien går verdien til c-aksen ned når lambda øker. Temperaturserien og laserfrekvensserien har derfor motsatte trender mellom c-akse og lambda. Lambda og verdien til c-aksen er derfor plottet i figur 5.2.6 for lambda mellom 40 og 240.

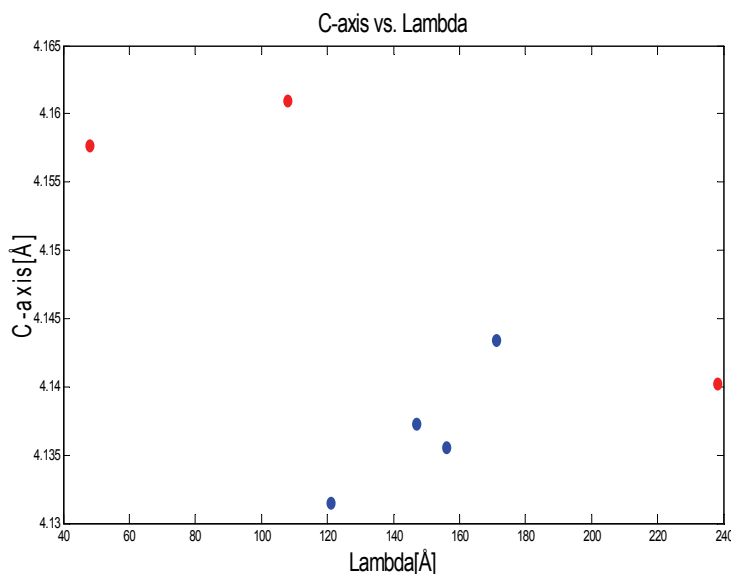


Fig 5.2.6: C-akse som funksjon av lambda (rød = laserfrekvensserie, blå = temperaturserie)

Variasjonen i lambda for laserfrekvensserien var mellom 40Å og 690Å, mens variasjonen i lambda for temperaturserien var mellom 121Å og 171Å. Spredningen i lambda for laserfrekvensserien var dermed 13 ganger større. Spredningen i lambda i temperaturserien er derfor så liten at denne trenden vanskelig kan sammenlignes med trenden som ble funnet i laserfrekvensserien. 5.2.6 viser også at spredningen i høyden på c-aksene for temperaturserien er mye mindre enn spredningen i høyden på c-aksene for laserfrekvensserien.

Alle overflatene på filmene i denne serien har større øy-strukturer og er ujevnere enn filmene i laserfrekvensserien. Dette skyldes antagelig at tverrsnittet til laserstrålen er litt større for denne serien. Den store forskjellen mellom overflatene på filmene i laserfrekvensserien kontra filmene i temperaturserien indikerer hvor kritisk parameteren lasereffekt kontra tverrsnittsareal på laserstrålen er.

5.3 Lasereffektserie

5.3.1 θ - 2θ målinger

Figur 5.3.1 viser θ - 2θ målingen av [001] toppen til filmer med lasereffekter på 0.1W, 0.13W, 0.142W, 0.18W og 0.2W. I Denne figuren er alle θ - 2θ målinger normalisert til hverandre slik at intensiteten og plasseringen av toppen til substratet er den samme for alle filmer.

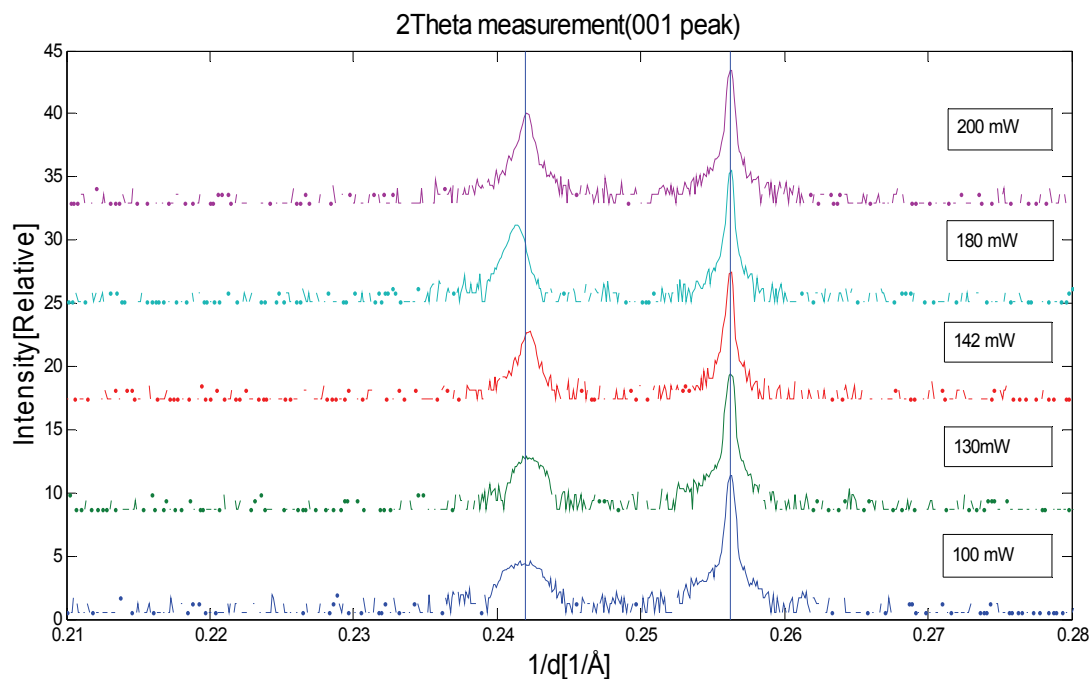


Fig 5.3.1: θ - 2θ målinger av [001] toppen til filmer med forskjellig lasereffekt.

Fra [001] toppene ser man at c-aksen til filmen dannet med lasereffekt på 0.18W er noe høyere enn c-aksen til de andre filmene. Toppene til filmene dannet med lasereffekt på 0.1W og 0.13W er mye bredere enn toppene til de andre filmene. Dette skyldes at filmene ved 0.1W og 0.13W er tynnere enn de andre filmene.

Figur 5.3.2 viser θ - 2θ målinger av [002] toppene til filmene

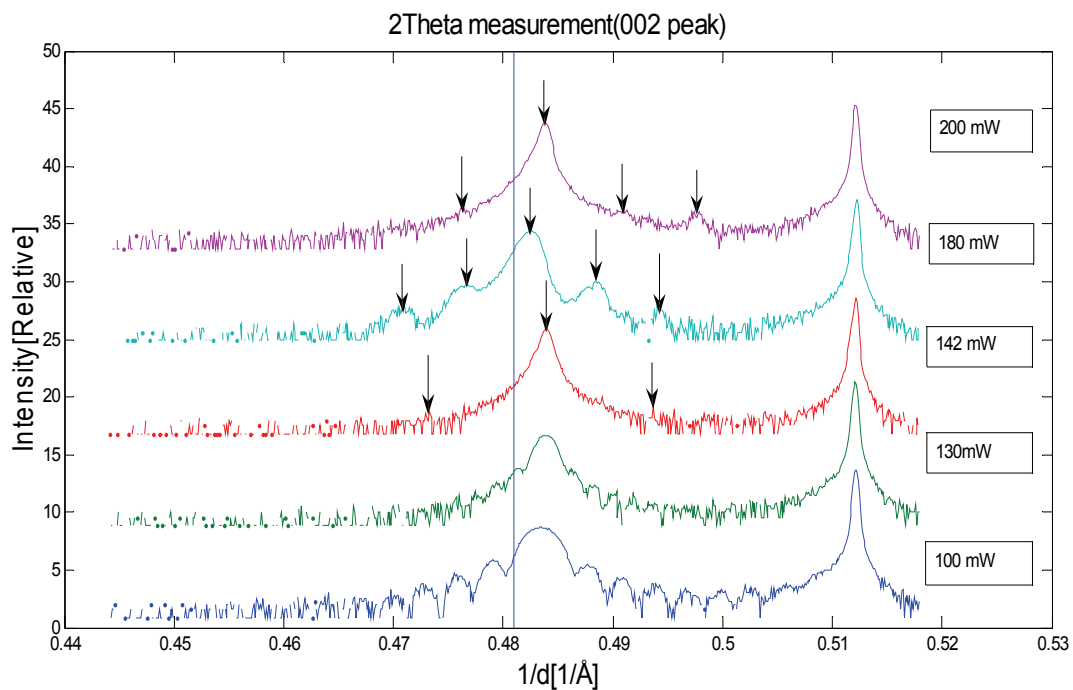


Fig 5.3.2: θ - 2θ målinger av [002] toppen til filmer med forskjellig lasereffekt. Pilene indikerer midten av satellittoppene og hovedloben.

Filmen dannet med lasereffekt på 0.18 W er den eneste filmen som har tydelige satellittopper. Filmene dannet med lasereffekt på 0.2W og 0.142W har antydning til satellittopper som er indikert med piler i figur 5.3.2.

Hovedloben til filmene dannet med lasereffekter på 0.1 W og 0.13 W er også her mye bredere enn for de andre filmene i denne serien. Satellittoppene vi ser i denne serien kan derfor skyldes "size effects" fordi disse filmene er tynne.

5.3.2 Måling av filmtykkelse basert på size effects

Figur 5.3.3 viser målingen θ - 2θ målingen av [002] toppen til filmen dannet med lasereffekt på 0.1W (grønn kurve) og en kurve beregnet for filmtykkelse av 113 fasen til BaSnO på 33nm.

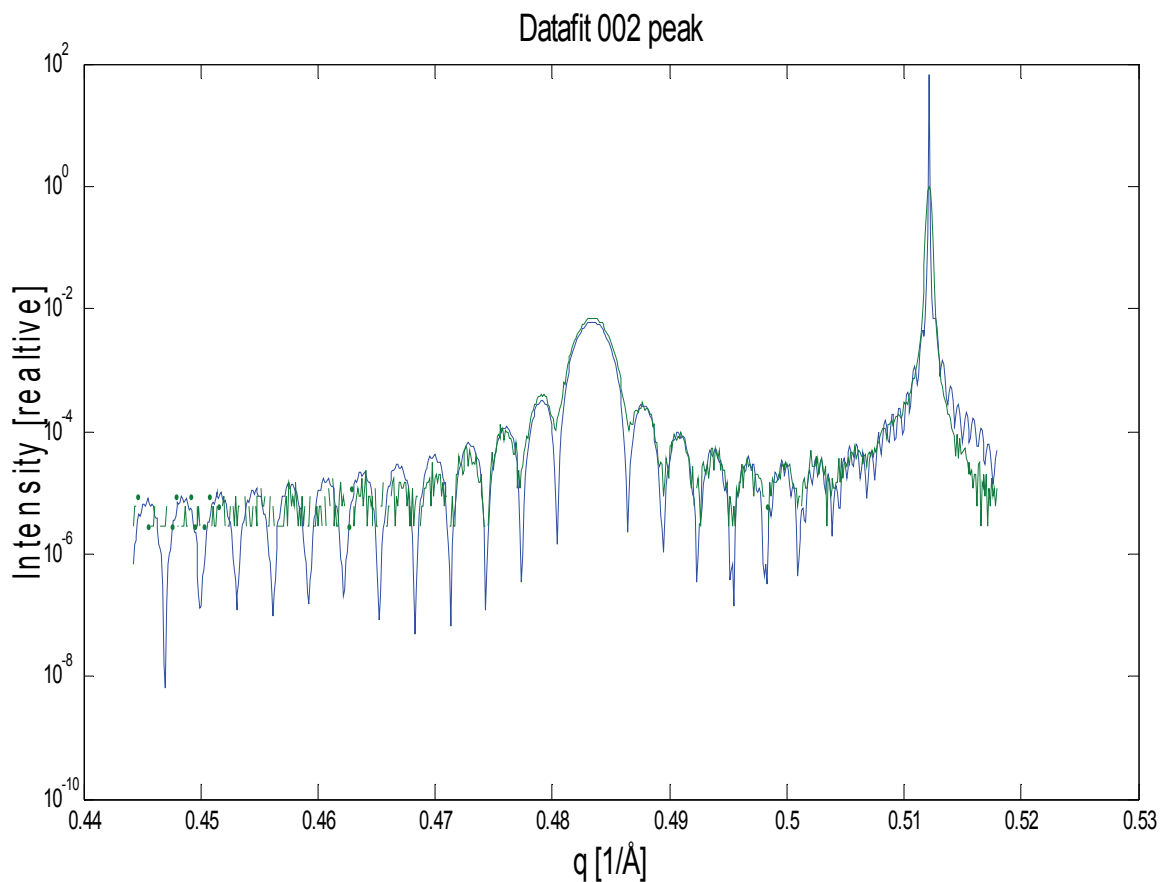


Fig 5.3.3: θ - 2θ målingen av film dannet med lasereffekt på 0.1W (grønn kurve) og en kurve beregnet for filmtykkelse av 113 fasen til BaSnO på 33nm.

Basert på RHEED målinger ble tykkelsen til filmen dannet med lasereffekt på 0.1W anslått å være 33nm. Figur 5.3.3 viser at formen til [002] toppen til denne filmen passer perfekt med hva man kunne forvente av 113 fasen til BaSnO med samme tykkelse.

Figur 5.3.4 viser målingen θ - 2θ målingen av [002] toppen til filmen dannet med lasereffekt på 0.13W (grønn kurve) og en kurve beregnet for filmtykkelse av 113 faser til BaSnO på 55nm.

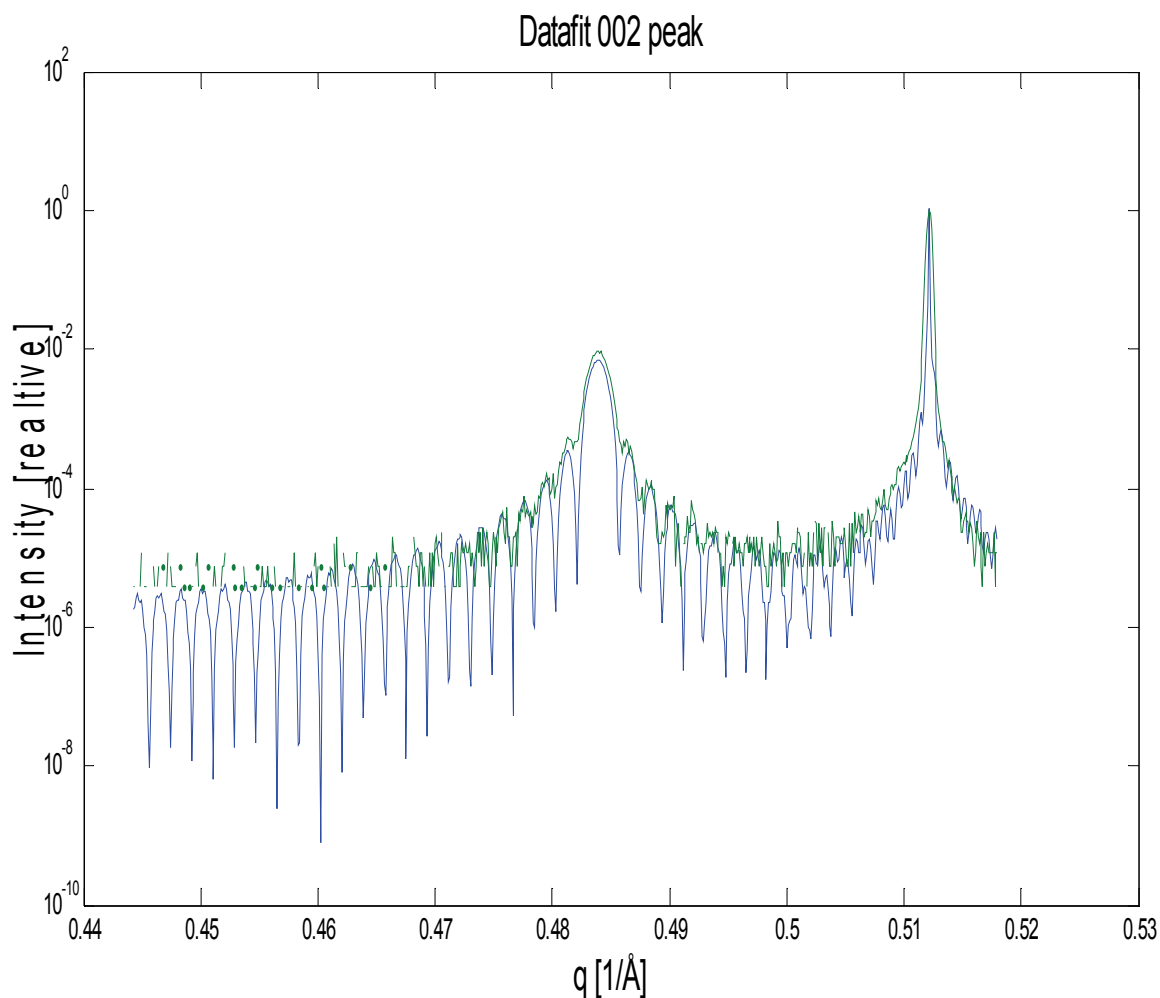


Fig 5.3.4: θ - 2θ målingen av film dannet med lasereffekt på 0.13W (grønn kurve) og en kurve beregnet for filmtykkelse av 113 faser til BaSnO på 55nm.

Basert på RHEED målinger ble tykkelsen til filmen dannet med lasereffekt på 0.13W anslått å være 59nm. Figur 5.3.3 viser at dersom tykkelsen til filmen var 55nm ville formen til [002] toppen passe perfekt med hva man kunne forvente av 113 faser til BaSnO.

5.3.3 Data fra lasereffektserien

Figur 5.3.5 viser c-aksen til filmene ved forskjellig lasereffekt

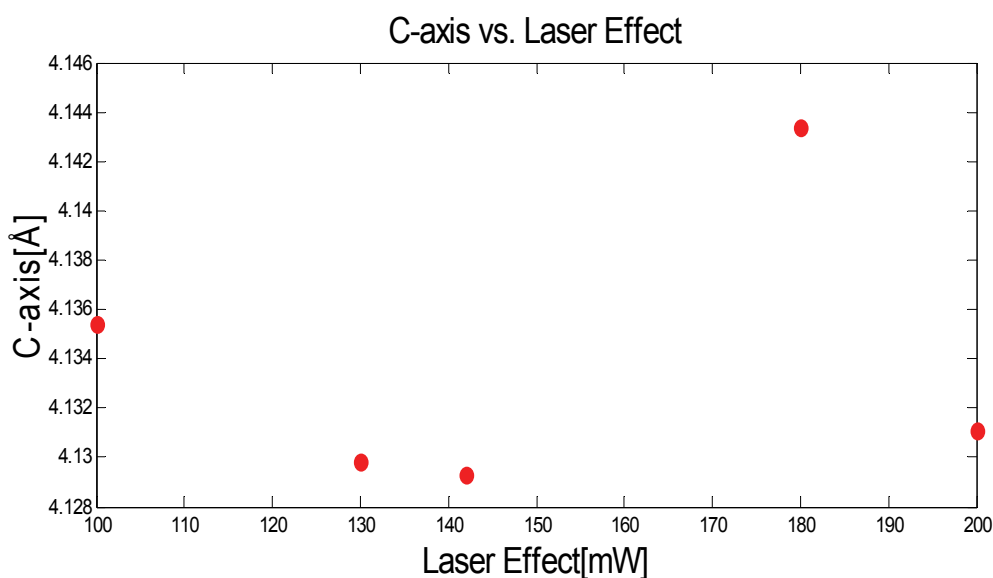


Fig 5.3.5: C-akse ved forskjellig lasereffekt

I figur 5.3.5 ser man at høyden på c-aksene er omtrent de samme bortsett fra for filmene dannet med lasereffekt på 0.1W og lasereffekt på 0.18W. Filmen dannet med lasereffekt på 0.18W har den desidert høyeste c-aksen.

Figur 5.3.6 viser c-aksen til filmene i laserfrekvensserien, temperaturserien samt lasereffektserien.

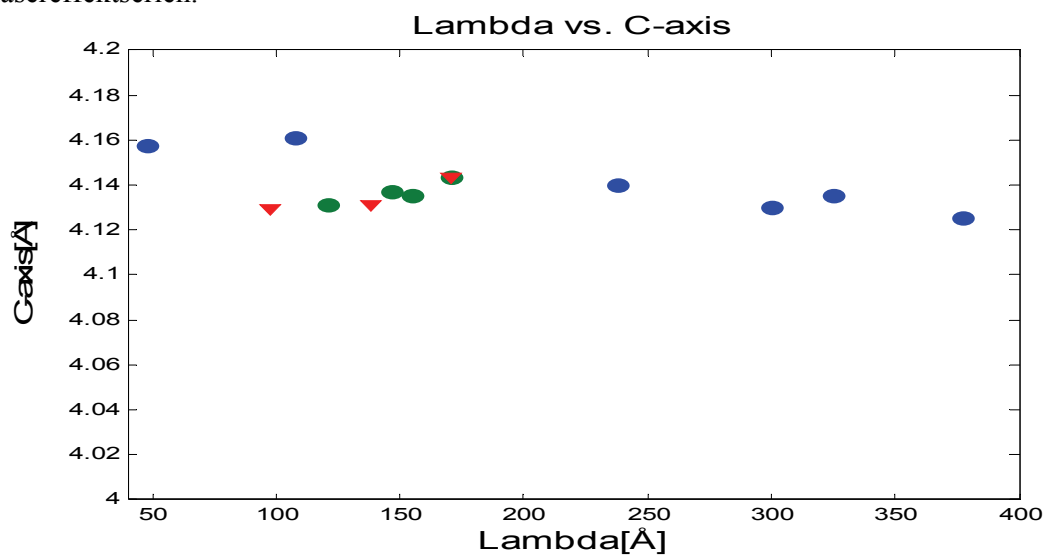


Fig 5.3.6: C-akse ved forskjellig lambda (Blå = laserfrekvensserien, Grønn = temperaturserien, Rød = lasereffektserien).

Figur 5.3.6 viser en god korrelasjon mellom lambda og c-akse for temperaturserien og lasereffekt serien. Laserfrekvensserien ved lambda mindre enn 110Å viser en høyere c-akse.

Figur 5.3.7 viser FWHM til rockingcurve målingen ved forskjellige lasereffekter.

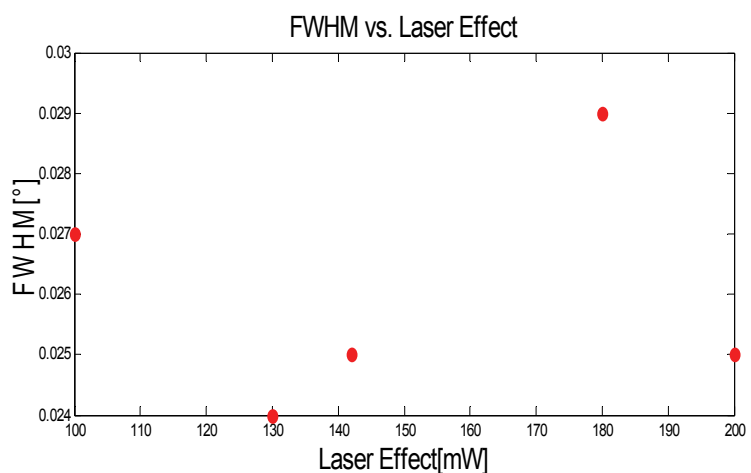


Fig 5.3.7: FWHM av rockingcurve måling ved forskjellig lasereffekt.

FWHM viser omtrent samme trend som c-aksen ved forskjellige lasereffekter.

Figur 5.3.8 viser $\log(\lambda)$ ved forskjellige lasereffekter.

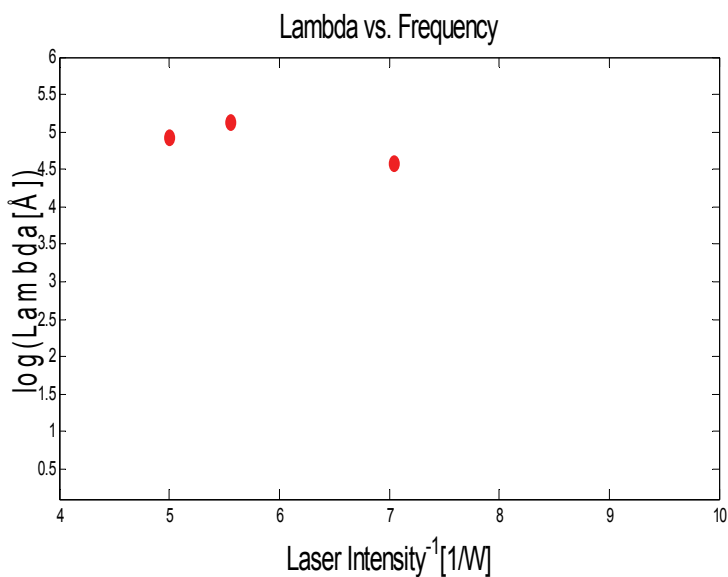


Fig 5.3.8: Log(Lambda) ved det inverse av lasereffekten.

Spredningen av data i denne figuren er større en for tilsvarende figur i temperaturserien og laserfrekvensserien. Dette er antagelig fordi filmene ikke er dannet i rekkefølge. Likevel kan man se en trend mot større lambda ved økende lasereffekter.

Figur 5.3.9 viser deponeringsraten til filmene ved forskjellig lasereffekt.

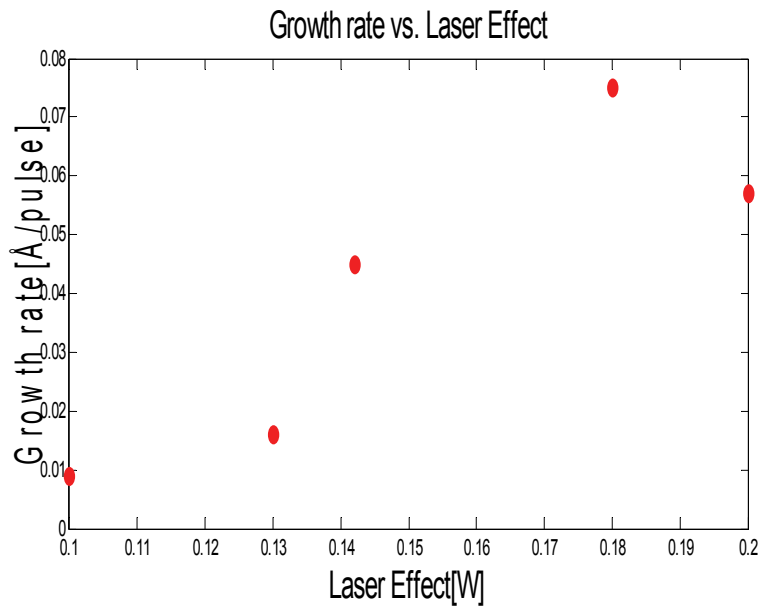


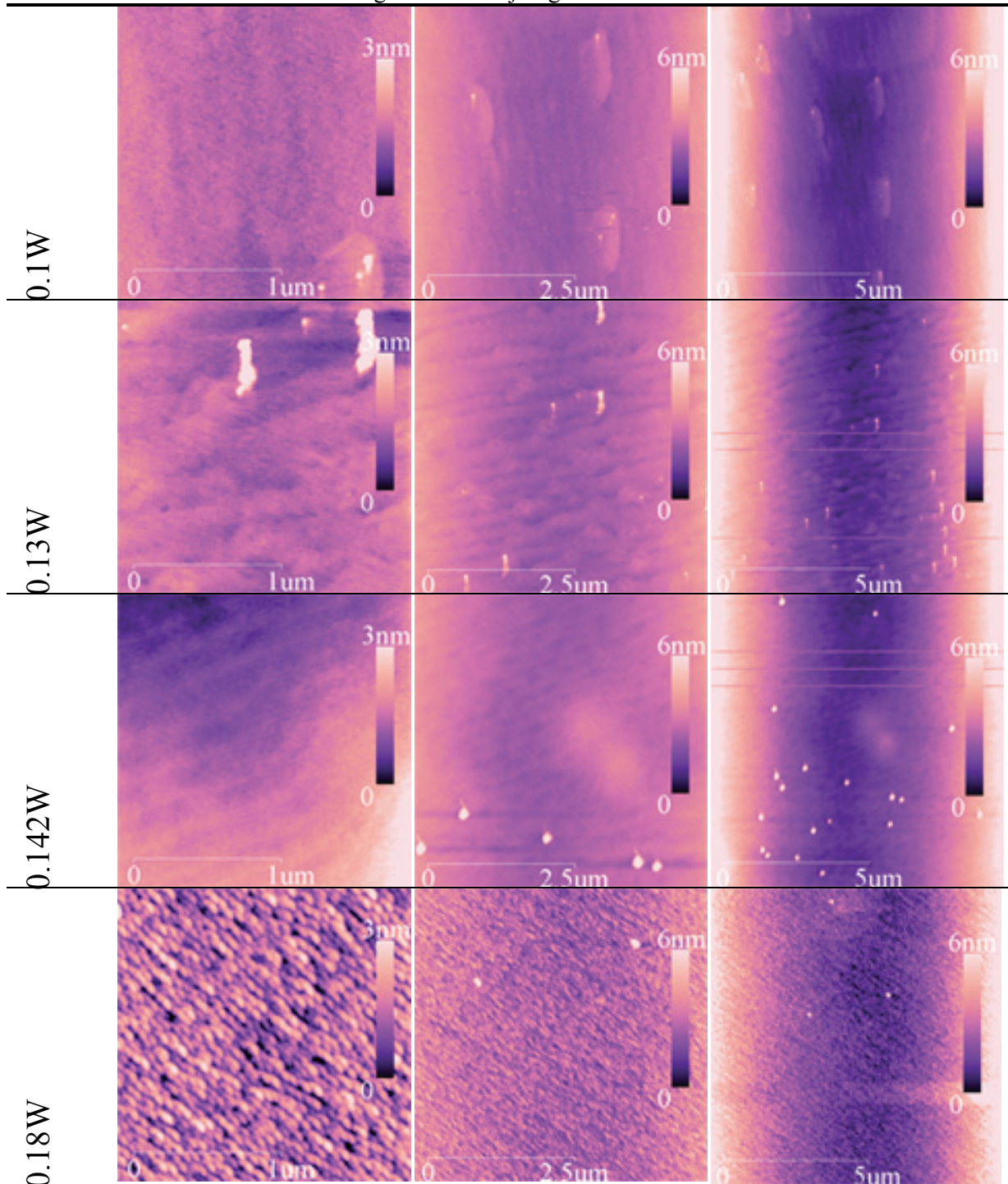
Fig 5.3.9: Deponeringsraten ved forskjellig lasereffekt.

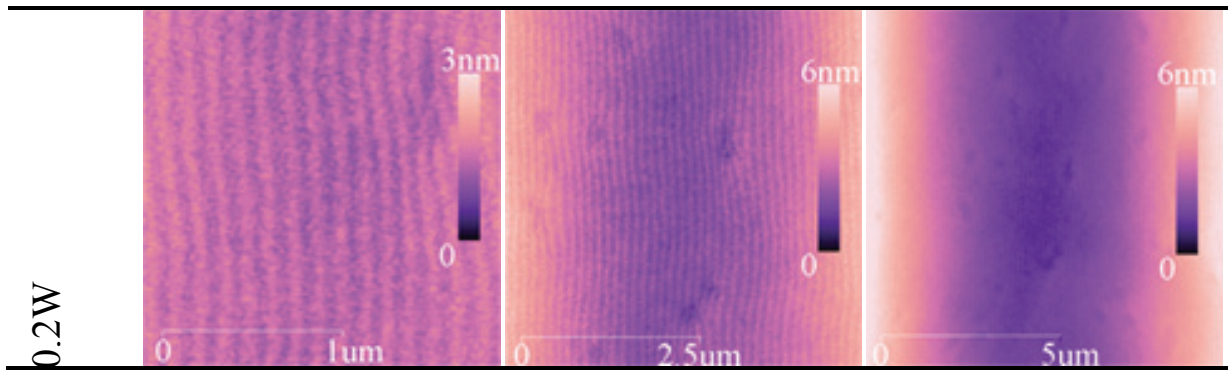
Det er en trend mot en høyere vekstrate[Å pr. puls] ved økende lasereffekt.

5.3.4 AFM bilder

Tabell 5.3.1 viser AFM bilder av filmene laget med forskjellig lasereffekt.

Tabell 5.3.1: AFM bilder av filmer laget med forskjellig lasereffekt.





Overflaten på AFM filmen laget med en lasereffekt på 0.18W har en mye mer ujevn overflate enn de andre filmene. På alle de andre filmene kan man se terrassene til filmene. Filmene laget med lasereffekter på 0.1W og 0.2W har noen defekter(fordypninger/forhøyninger) som også er tilstede på substratet. Substratet til filmene laget med lasereffekter på 0.1W, 0.13W og 0.2W har mindre terrasser($\sim 0.15\mu\text{m}$) i forhold til de andre filmene i serien($\sim 0.4\mu\text{m}$). Dette kan være en medvirkende årsak til at man ser terrassene på disse filmene ved at step flow vekst gjøres mer sannsynlig.

5.3.5 Diskusjon til serien med forskjellig lasereffekt

θ -2 θ målingene av [002] toppene viser at satellittoppene er mye svakere enn i tidligere serier (med unntak av filmen dannet med lasereffekt på 0.18W). En mulighet er at man ved høye temperaturer (>780°C) vil ha 3D vekst av Ruddlesden Popper serien istedenfor 2D vekst. Mens STO har en slik overgang mellom 450°C og 500°C [26] er det mulig at BaSnO har en slik overgang ved høyere temperaturer. Da filmen dannet med en lasereffekt på 0.18W har klare satellittopper er det tydelig at det er andre forhold enn temperatur som har betydning for en overgang mellom 2D vekst og 3D vekst (som lasereffekt kontra tverrsnittsareal på laser).

Figur 5.3.3 og figur 5.3.4 gir en indikasjon på at vi ved høye temperaturer og lave lasereffekter (<0.13W) kan danne filmer som består av 113 fasen til BaSnO. Fra figur 5.3.5 går det frem at c-aksen blir betydelig lavere når filmtykkelsen til filmene dannet med 0.1W og 0.13W øker fra 33nm til 59nm. Dette tyder på at filmen blir utsatt for mindre strain når filmtykkelsen øker, hvilket er normalt for 113 fasen. Det er hittil ikke blitt laget noen filmer i Ruddlesden Popper serien der filmtykkelsen er mindre enn ~200nm. Det er derfor ikke mulig å si noe om disse filmene også vil oppføre seg på samme måte (d.v.s. om c-aksen til disse filmene blir tilsvarende høyere når filmtykkelsen går ned fra 50nm–30nm). Det kan tenkes at tynne filmer vil bestå av 113 fasen til BaSnO på grunn av strain i materialet og at dette vil endre seg når filmen blir tykkere slik at Ruddlesden Popper enhetsceller da dannes.

En mulig forklaring på hvorfor vi kan ha vekst av 113 fasen til BaSnO kan vi få ved å vurdere diffusjonstiden. Ved å heve temperaturen reduseres diffusjonstiden, samtidig som man reduserer deponeringsraten ved å senke lasereffekten. Begge disse faktorene kan gjøre at vi går fra en kontinuerlig deponering til en ikke-kontinuerlig deponering. Det er mulig at vi ved å bevege oss mot en ikke-kontinuerlig deponering ikke vil være i stand til å bygge opp en Ruddlesden Popper enhetscelle.

Ved å sammenligne FWHM verdiene i figur 5.3.8 og c-akse verdiene i figur 5.3.5 ser man at den høyeste verdien i begge tilfellene er i filmen laget med lasereffekt på 0.18W. AFM bildene i tabell 5.3.1 viser også at dette er den eneste filmen som ikke har antydning til terrasser og har i tillegg en øystruktur på overflaten. Det kan derfor virke som om denne filmen har flere defekter i krystallstrukturen enn de andre filmene og at en høy c-akse derfor kan tolkes som ett resultat av defekter.

5.4 Temperatur/Lasereffekt serie med laserfrekvens på 2Hz

5.4.1 θ - 2θ målinger ved forskjellig temperatur

Figur 5.4.1 viser θ - 2θ målingen av [001] toppen til filmer med substrattemperaturer på 450°C, 500°C og 560°C. I denne figuren er alle θ - 2θ målinger normalisert til hverandre slik at intensiteten og plasseringen av toppen til substratet er den samme for alle filmer.

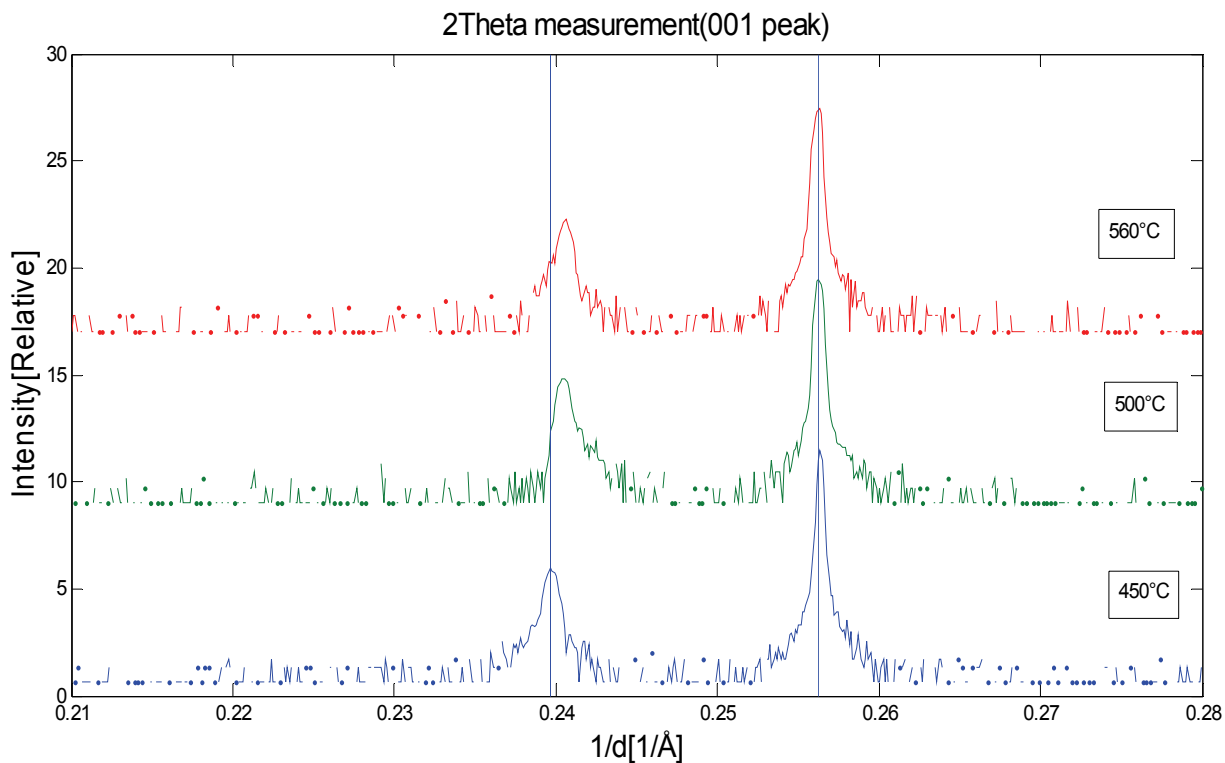


Fig 5.4.1: θ - 2θ målinger av [001] toppene til filmer med forskjellig T_{sub} .

Fra θ - 2θ målinger av [001] toppene ser man at verdien til c-aksen synker når temperaturen stiger.

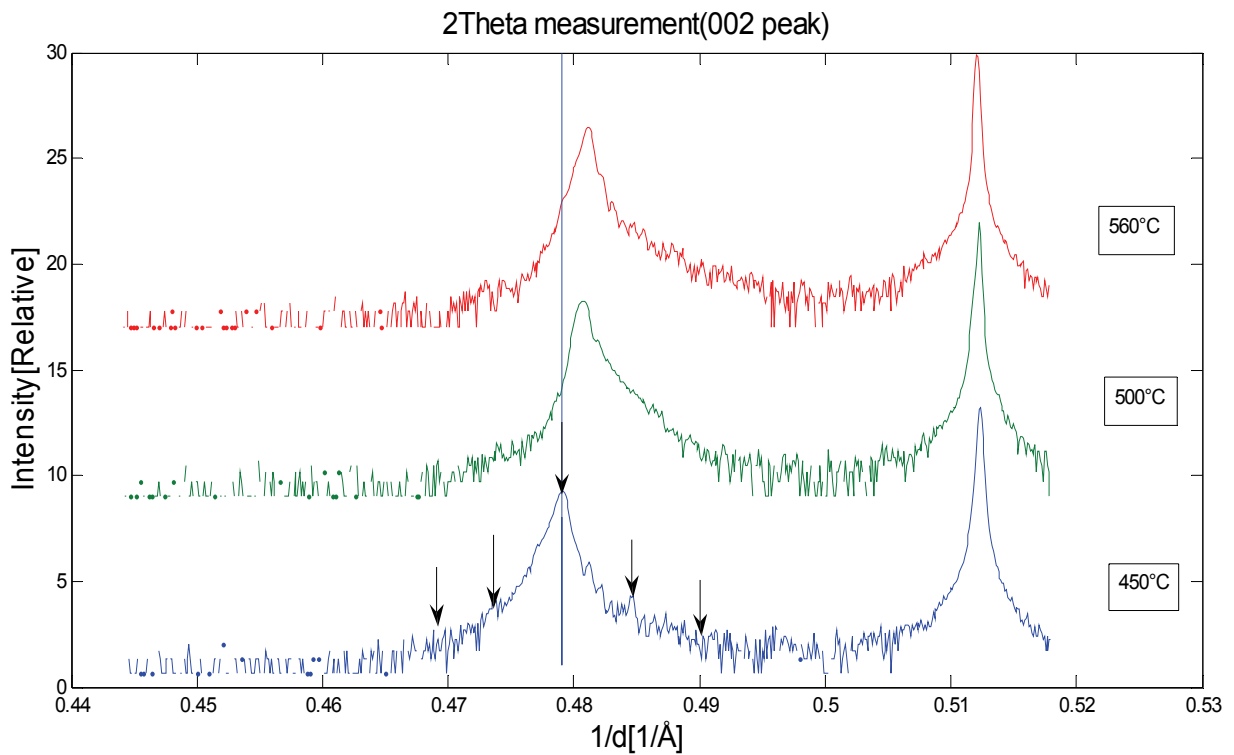


Fig 5.4.2: θ - 2θ målinger av [002] toppene til filmer med forskjellig T_{sub} . Pilene indikerer satellittopper og hovedloben.

θ - 2θ målingen av [002] toppene ved 500°C og 560°C har ingen satellittopper på samme måte som filmen i laserfrekvensserien som ble dannet ved 2Hz. Filmen som ble dannet ved 450°C derimot viser antydning til satellittopper.

5.4.2 θ - 2θ målinger ved forskjellig lasereffekt

Figur 5.4.3 viser θ - 2θ målingen av [001] toppen til filmer med lasereffekter på 0.4W, 0.6W og 0.8W (effekt ved laser). I denne figuren er alle θ - 2θ målinger normalisert til hverandre slik at intensiteten og plasseringen av toppen til substratet er den samme for alle filmer.

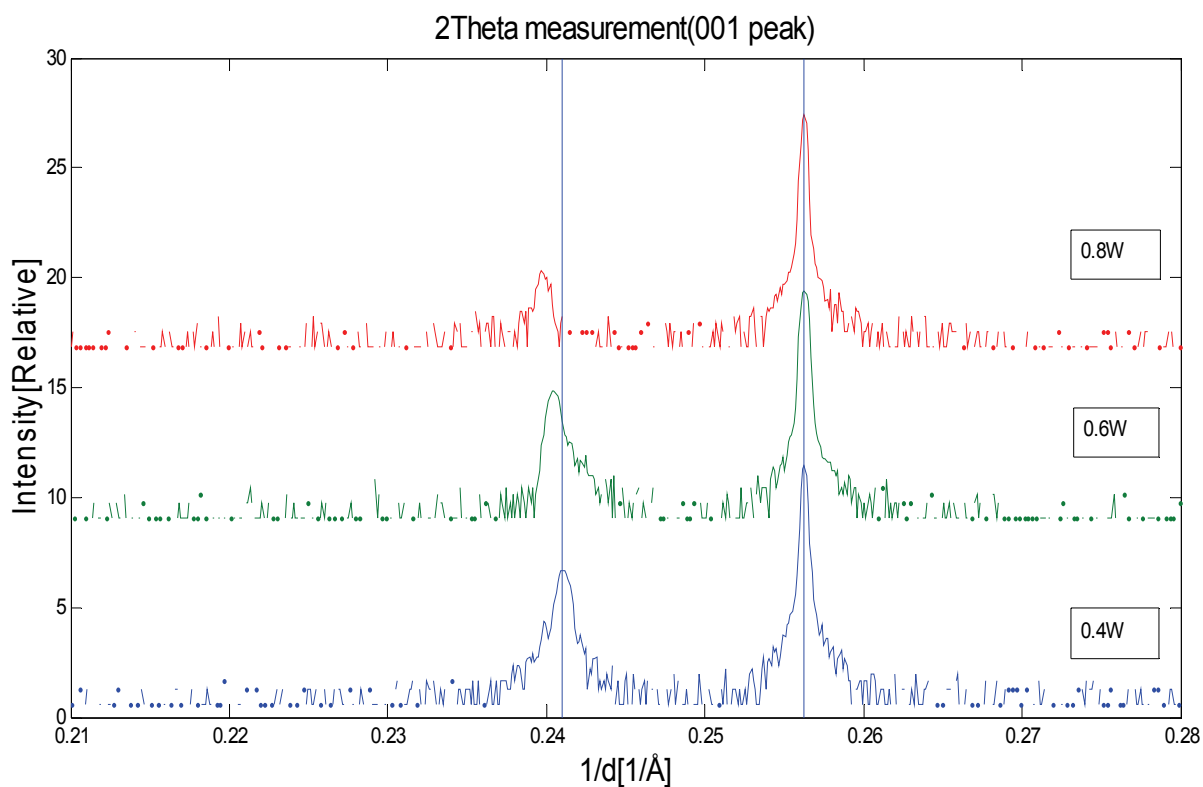


Fig 5.4.3: θ - 2θ målinger av [001] toppene til filmer med forskjellig lasereffekt.

Fra θ - 2θ målinger av [002] toppene ser man at verdien til c-aksen stiger når lasereffekten stiger.

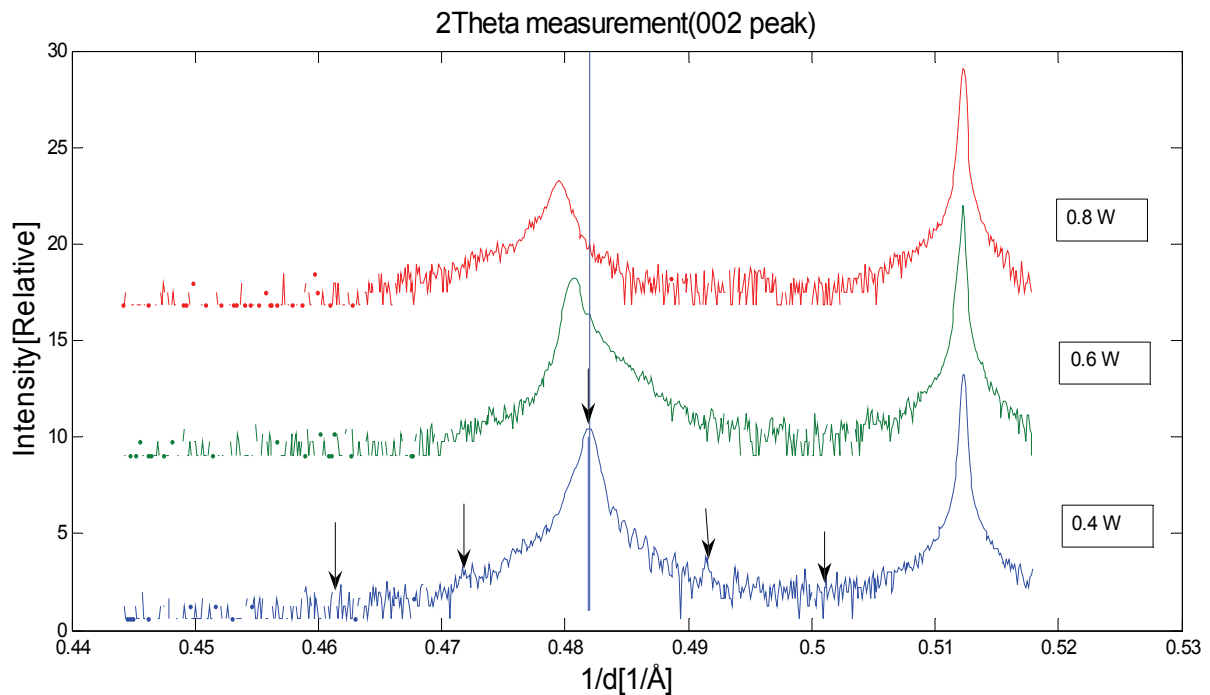


Fig 5.4.4: θ - 2θ målinger av [002] toppene til filmer med forskjellig lasereffekt. Pilene indikerer satellittopper og hovedloben.

θ - 2θ målingen av [002] toppene ved 0.6W og 0.8W har ingen satellittopper på samme måte som filmen i laserfrekvensserien som ble dannet ved 2Hz. Filmen som ble dannet med 0.4W derimot viser antydning til satellittopper som indikert med pilene.

5.4.3 Periodisitet til fringe patterns

I figur 5.4.5 er fringe patterns for filmen som ble laget med en substrattemperatur på 450°C markert med piler.

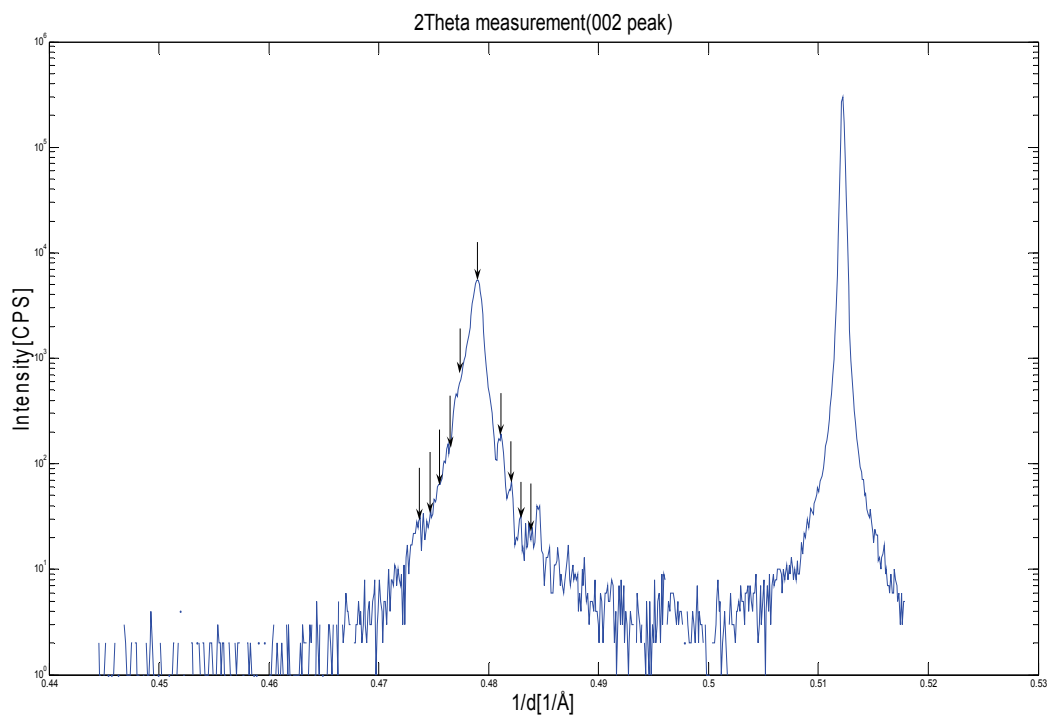


Fig 5.4.5: θ - 2θ måling av [002] toppen til filmen dannet med en substrattemperatur på 450°C. Piler indikerer fringe pattern i filmen.

Avstanden mellom fringe patterns i figur 5.4.5 er konstant og lik 0.00082 \AA^{-1} . Tykkelsen til denne filmen er 109nm.

I figur 5.4.6 er fringe patterns for filmen som ble laget med en substrattemperatur på 450°C markert med piler.

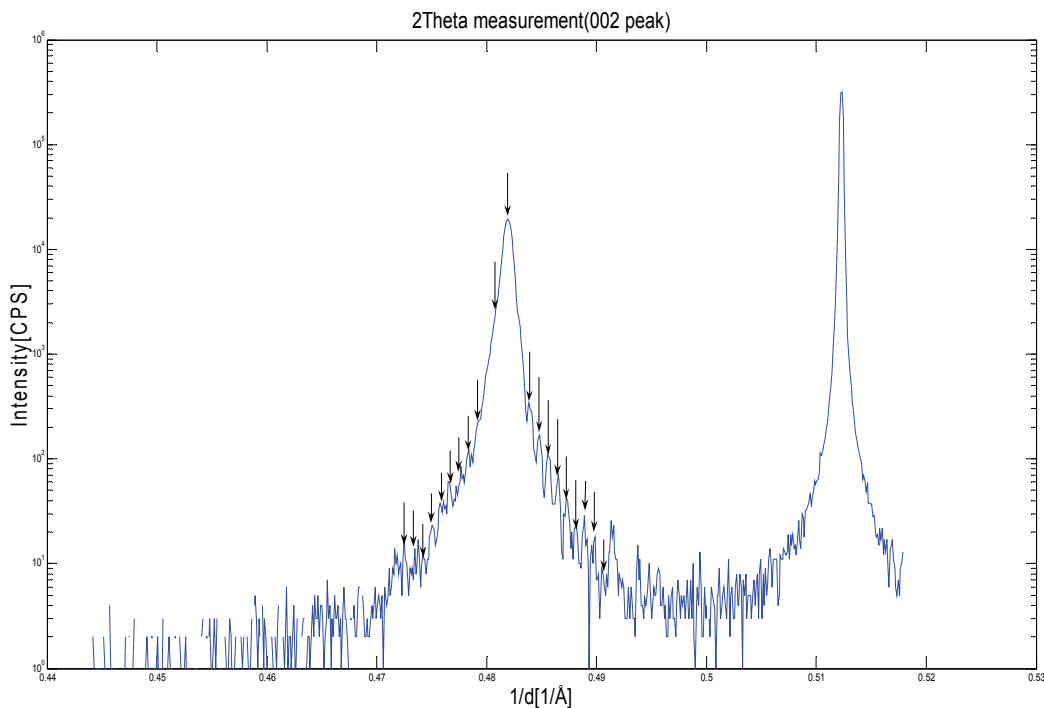


Fig 5.4.6: θ - 2θ måling av [002] toppen til filmen dannet med en lasereffekt på 0.4W. Piler indikerer fringe patterns i filmen.

Avstanden mellom fringe patterns i figur 5.4.5 er konstant og lik 0.00084 \AA^{-1} . Tykkelsen til denne filmen er 126nm.

5.4.4 Data fra lasereffekt/temperaturserien

Figur 5.4.7 og 5.4.8 viser verdien til c-aksen ved forskjellige temperaturer og lasereffekter

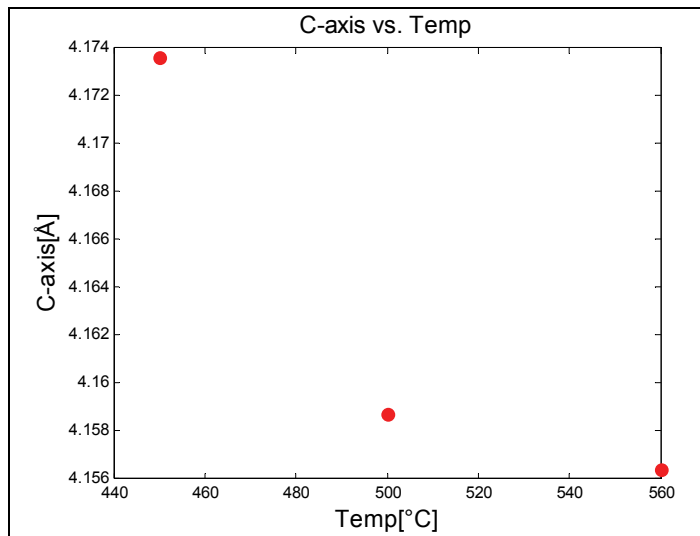


Fig 5.4.7: C-aksene ved forskjellig T_{sub} .

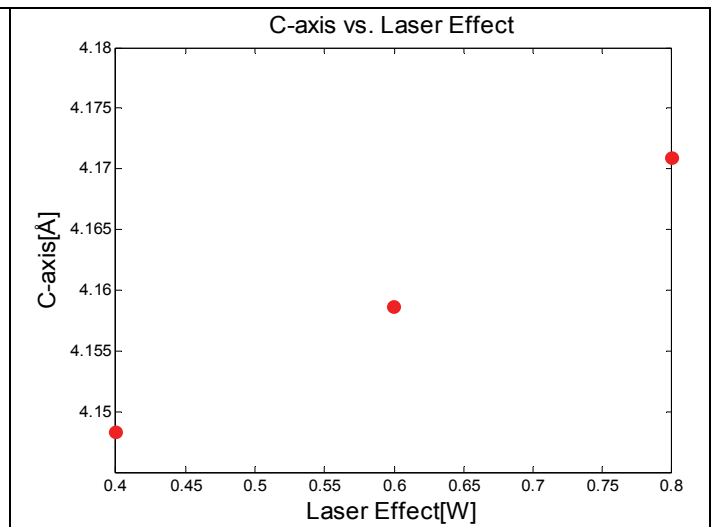


Fig 5.4.8: C-aksene ved forskjellig lasereffekt.

Verdien til c-aksen reduseres når temperaturen stiger og denne reduksjonen er størst mellom substrattemperaturer på 450°C og 500°C.

Høyden på c-aksen øker når lasereffekten øker og denne økningen er nesten lineær.

Figur 5.4.9 og 5.4.10 viser endringen i FWHM til rockingcurve målingen ved forskjellig temperatur og forskjellig lasereffekt.

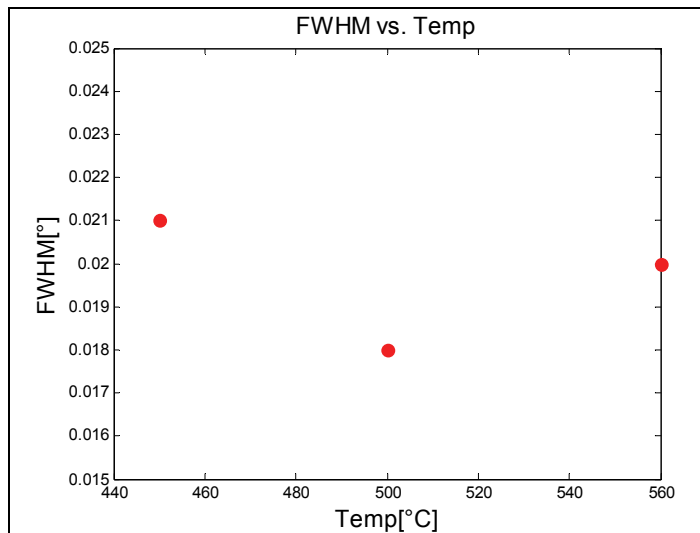


Fig 5.4.9: FWHM til rockingcurve målingen ved forskjellig T_{sub} .

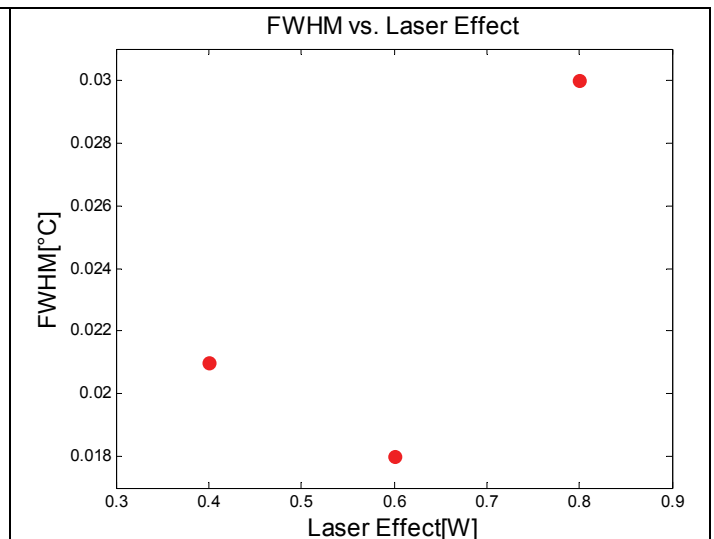


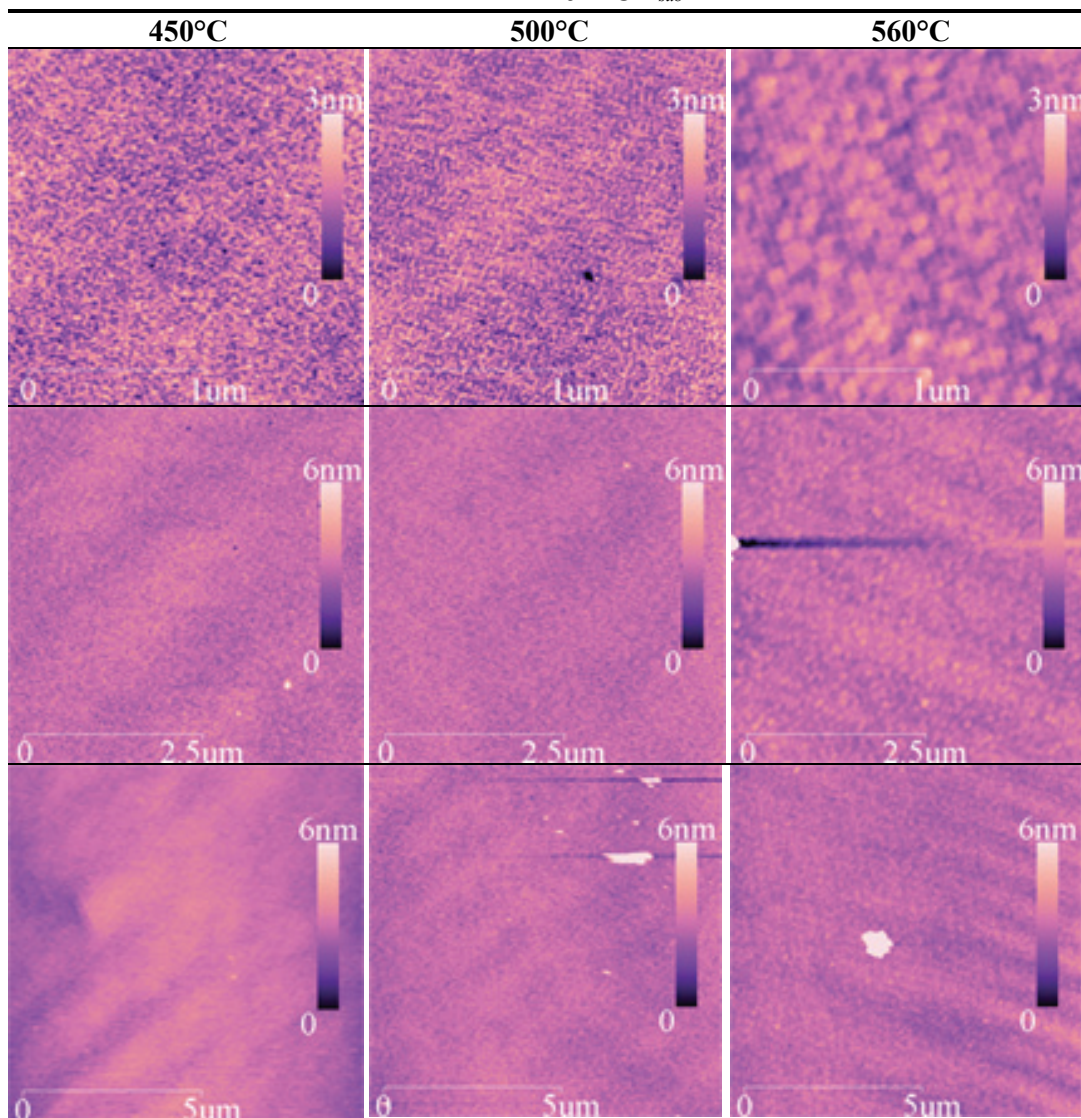
Fig 5.4.10: FWHM til rockingcurve målingen ved forskjellig lasereffekt.

Verdien til FWHM til rockingcurve målingen er stabil i forhold til temperatur og ved lave lasereffekter. Ved høye lasereffekter(0.8W) øker FWHM raskt.

5.4.5 AFM bilder

Tabell 5.4.1 viser AFM bilder av filmer med forskjellig T_{sub} .

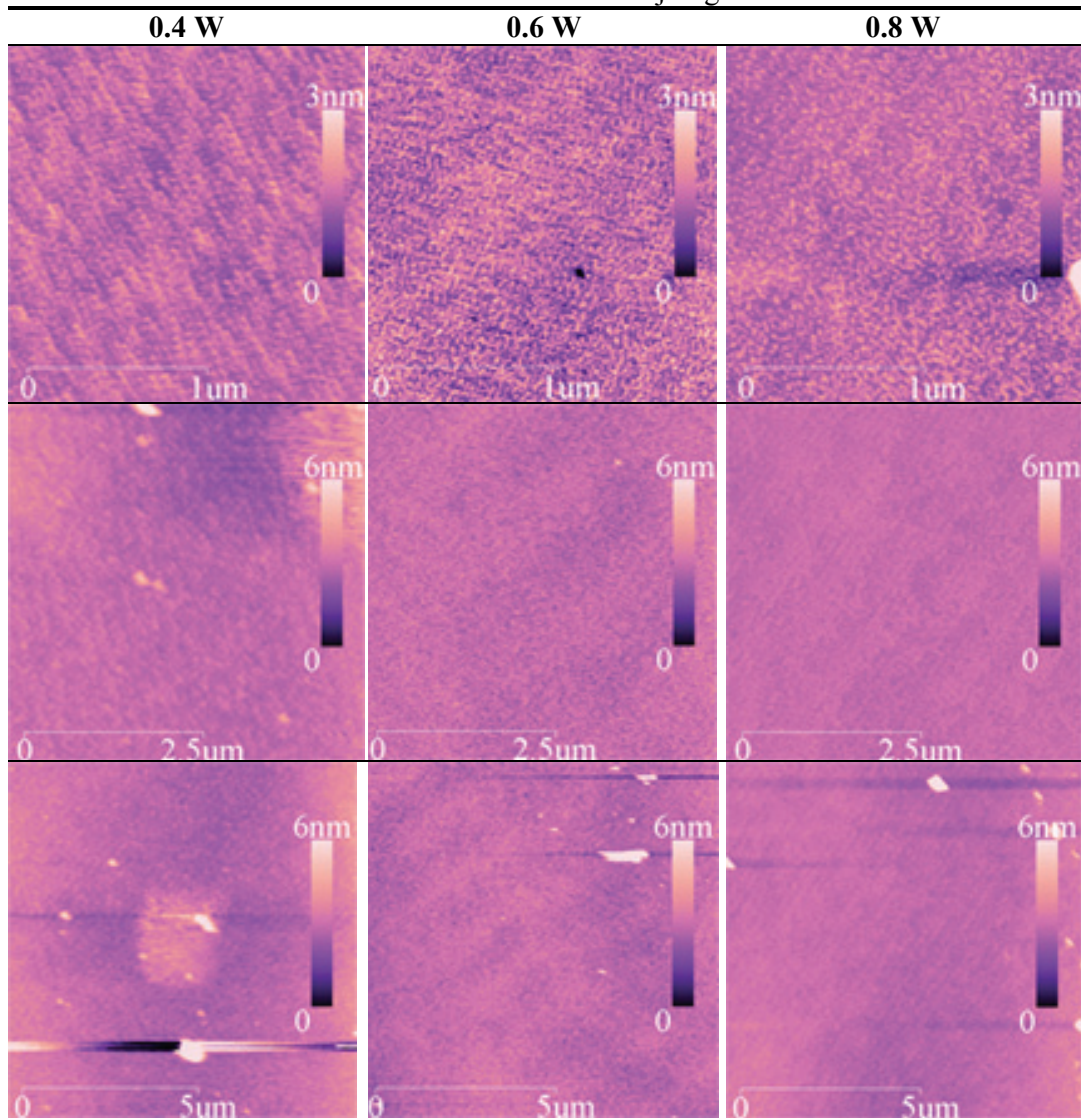
Table 5.4.1: AFM bilder av filmer med forskjellig T_{sub} .



Man kan ikke se noen terrasser på disse AFM bildene. Alle filmene har øystrukturer og øystrukturene øker i størrelse når temperaturen stiger. På samtlige AFM bilder kan man se bølger som også er tilstede på substratene.

Tabell 5.4.2 viser AFM bilder av filmer dannet med forskjellig lasereffekt.

Table 5.4.2: AFM bilder av filmer dannet med forskjellig lasereffekt.



Man kan ikke se noen terrasser på disse AFM bildene. De diagonale stripene som ses på bildene skyldes støy under AFM målingene.

5.4.6 Diskusjon til temperatur/lasereffekt serie ved laserfrekvens på 2Hz

I denne serien ser man antydning til satellittopper i θ -2 θ målingene ved lave temperaturer og ved lave lasereffekter. I laserfrekvensserien er det ikke blitt observert satellittopper ved 2Hz samtidig som man tidligere har hatt en økning i lambda ved økende temperatur/lasereffekt. Filmene i denne serien viser derfor en motsatt trend enn hva som er observert tidligere. Lambda for disse filmene er 183Å og 102Å og er hva man kunne forvente for filmer i laserfrekvensserien mellom 5Hz og 10Hz. Dette tilsvarer en Ruddlesden-Popper enhetscelle på 37nm og 20nm og det virker derfor tvilsomt at man plutselig skulle danne Ruddlesden-Popper enhetsceller som er såpass høye.

Ved 450°C var en RHEED periode 27 sekunder (fra tabell 4.8.1) mens den ved 500°C var 23 sekunder. Fra laserfrekvensserien har vi at en RHEED periode ved 2Hz ($T_{sub} = 550^\circ\text{C}$) var 23.5 sekunder. At RHEED perioden synker med 4-3.5 sekunder når temperaturen faller til 450°C er også en indikasjon på at vi har en annen oppbygningen av oksidet ved T_{sub} mindre enn 500°C. Verdien til c-aksen synker drastisk fra 450°C til 500°C samtidig som satellittoppene i θ -2 θ målingene forsvinner. Den reduserte deponeringsraten resulterer i at filmtykkelsen fra 500°C til 450°C reduseres fra 128nm til 109nm, hvilket er så lite at det alene ikke kan forklare økningen i c-aksen. Dette indikerer det er noe som skjer med krystallinske oppbygningen ved temperaturer under 500°C.

En mulig årsak til de motstridende resultatene kan være at filmene i denne serien ble dannet over én måned før noen av filmene i de andre seriene. Det kan tenkes at transmittansen igjennom vinduet til vakuumkanammeret har sunket i løpet av denne tiden og effekten til laserstrålen som treffer kildematerialet i denne serien kan derfor være høyere enn for de andre seriene.

Overflaten til disse filmene lignet mye på den overflaten vi fikk ved en lasereffekt på 0.18W i lasereffektserien. Når denne temperatur/lasereffekt serien ble laget fantes det ikke noe wattmeter til å måle effekten ved kammeret, men filmene i denne serien samt filmen dannet med 0.18W (målt ved kammer) hadde alle 0.6W i målt lasereffekt ved laser. Det er derfor mulig at disse filmene ble dannet med samme forhold mellom lasereffekt og laserstråletvernsnitt.

Fra temperaturserien med en laserfrekvens på 10Hz hadde vi en film av dårlig krystallinsk kvalitet ved T_{sub} på 460°C men vi ved 2Hz hadde en krystallinsk film ved T_{sub} på 450°C. Dette kan tyde på at ved å senke laserfrekvensen (og dermed deponeringsraten) kan man danne krystallinske filmer ved enda lavere temperaturer.

Sammenhengen mellom deponeringsrate/temperatur og lambda er i denne serien motsatt av tidligere serier og flere filmer må bli dannet for å kunne konkludere om dette er en trend.

5.5 Analyse av deponering av Ruddlesden Popper serien

5.5.1 Beregning av n i Ruddlesden Popper serien

I figur 5.5.1 er n i Ruddlesden Popper serien vist ved forskjellig høyde på enhetscellen. Det er her antatt en lineær sammenheng mellom n og lengden på enhetscellen i henhold til tabell 4.7.1. I tabell 5.5.1 er n i Ruddlesden Popper serien beregnet for alle filmer i seriene ovenfor som har satellitter i θ -2 θ målingene.

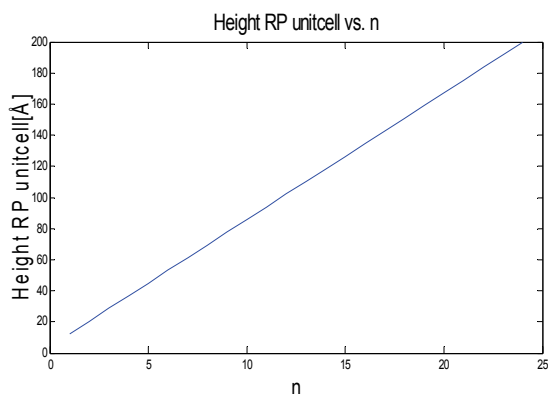


Fig 5.5.1: Høyden til Ruddlesden Popper enhetscellen ved forskjellig n .

Tabell 5.5.1: Lambda fra θ -2 θ målingene og tilhørende n .

Film	Lambda[Å]	n
P70212	183	44
P70216	102	25
P70308	147	36
P70309	294	71
P70318	345	82
P70320	210	51
P70321	238	58
P70322	290	71
P70323	108	26
P70324	690	169
P70326	323	79
P70327	48	11
P70403	171	41
P70404	156	38
P70405	147	36
P70407	121	29
P70415	143	35
P70417	333	81
P70423	320	78
P70424	377	92
P70502	286	70
P70503	400	99

I figur 5.5.2 er enhetscellen for Ruddlesden Popper serien for $n=99$ vist (samme som film P70503 = Tredje 25Hz film i laserfrekvensserien).

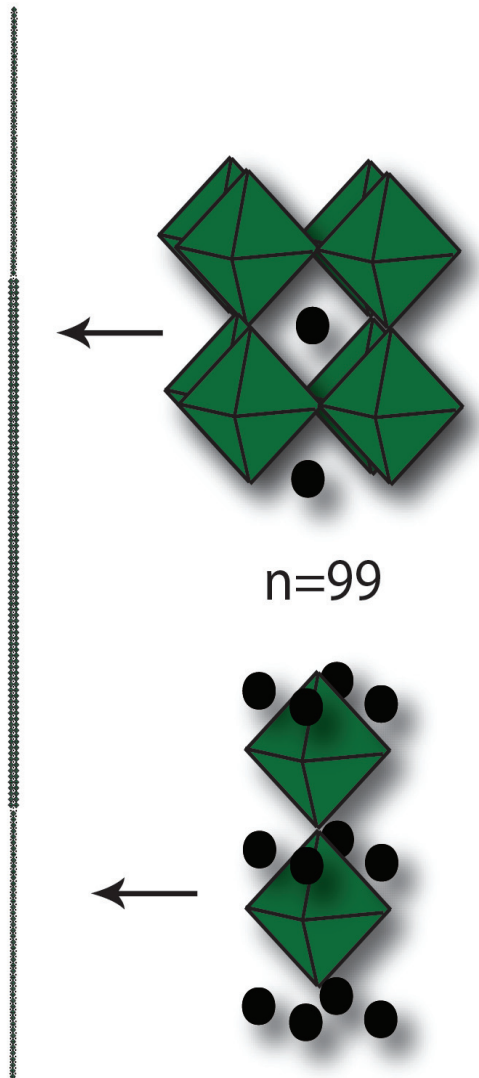


Fig 5.5.2: Ruddlesden Popper enhetscellen for $n=99$.
(Sirkler=Ba, kantene på octahedralene=O og senter i octahedralene = Sn)

Denne enhetscellen er 80nm lang og illustrerer hvor høye enhetscellene er i [001] retningen. Man kan anta at filmen P70503 er omtrent 300nm tykk og med denne tykkelsen inneholder den ikke mer enn 3-4 Ruddlesden Popper enhetsceller.

5.5.2 Deponeringsrater i laserfrekvensserien og lasereffektserien

I figur 5.5.3 er deponeringsraten vist i Å/sekund.

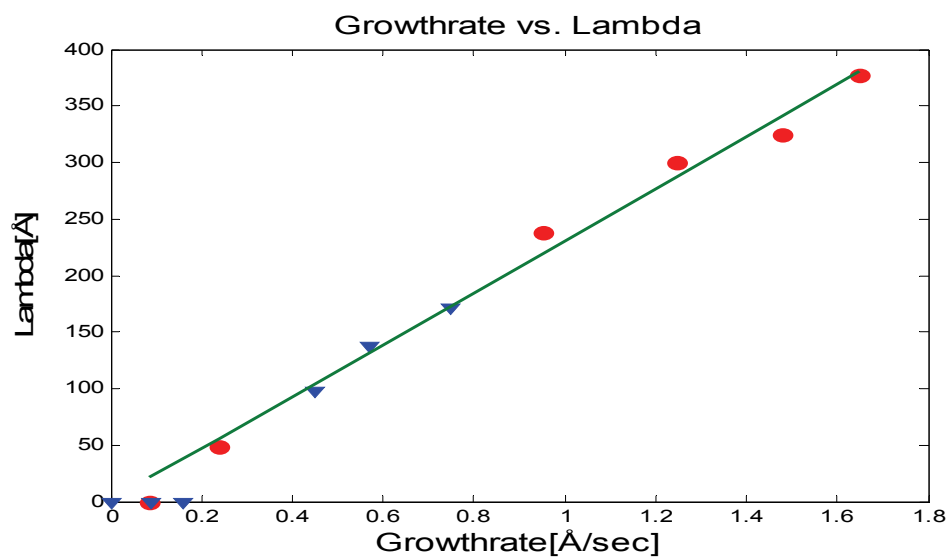


Fig 5.5.3: Lambda som funksjon av deponeringsraten (rød = laserfrekvensserie, blå = lasereffektserie, Grønn= L.S solution])

I figur 5.5.3 er det en nesten lineær sammenheng mellom lambda og deponeringsraten i Å pr. sekund. L.S solution i figur 5.5.3 er gitt av (12) der V er vekstrate i Å/sekund.

$$\text{Lambda} = 1.4 + 230 * V \quad (12)$$

5.5.3 Analyse av deponeringen

Fra laserfrekvensserien hadde vi en logaritmisk sammenheng mellom laserfrekvensen og lambda mens vi har en lineær sammenheng mellom deponeringsraten i Å/sekund og lambda. Det må derfor åpenbart være en logaritmisk sammenheng mellom vekstraten i Å/sekund og laserfrekvensen. Denne sammenhengen er plottet i figur 5.5.4 og 5.5.5 og man kan tydelig se en logaritmisk sammenheng mellom deponeringsraten og den første laserfrekvensserien (røde datapunkt) ved høye frekvenser.

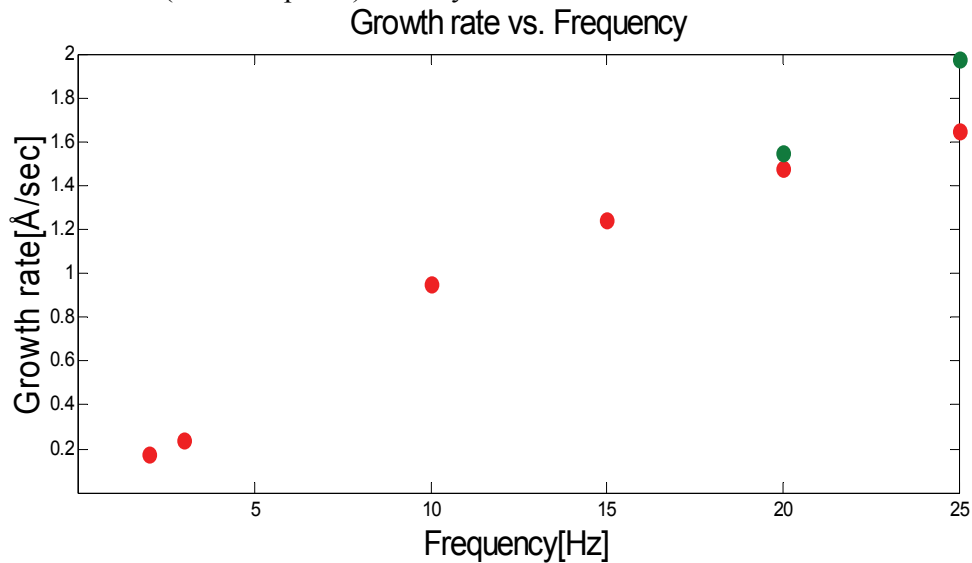


Fig 5.5.4: Vekstraten [Å/sekund] ved forskjellige laserfrekvenser (Rød = første laserfrekvensserie, Grønn = andre film laget ved 20Hz og 25Hz).

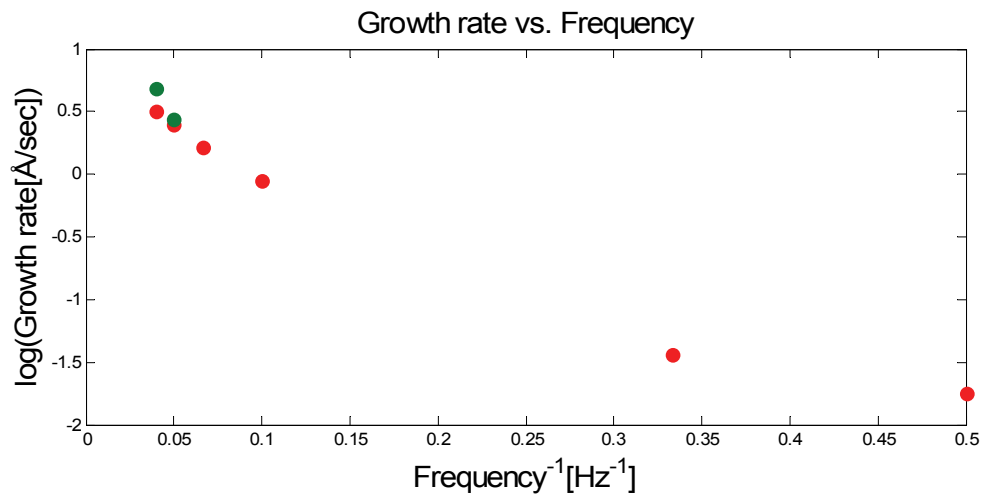


Fig 5.5.5: Log(deponeringsraten [Å/sekund]) ved den inverse av frekvensen. (Rød = første laserfrekvensserie, grønn = Grønn = andre film laget ved 20Hz og 25Hz)

Vi har at (9) og (12) gir forskjellige resultat for når $n=1$, der (9) indikerer at den skjer ved laserfrekvenser over 1.1Hz mens (12) indikerer at dette skjer for deponeringsrater over 0. Dette innebærer at den logaritmiske sammenhengen mellom deponeringsrate og laserfrekvens derfor ikke kan stemme ved lave frekvenser. Fra figur 5.1.15 går det også frem at den laserfrekvensen der $n=1$, vil variere med deponeringsparametrene. Figur 5.5.5 viser at datapunktene ikke lenger danner en rett linje ved frekvenser på 2Hz og 3Hz, og det kan derfor antas at (9) bare gjelder for laserfrekvenser høyere enn ca. 5Hz (gitt at deponeringsparametrene ikke er alt for forskjellige).

Det vil derfor være naturlig å betrakte deponeringsraten som den faktoren som styrer størrelsen på lambda som i (12). Dette blir også støttet av resultatene fra lasereffektserien som vist i figur 5.5.3. Basert på figur 5.5.3 kan man også anta (12) er gyldig opp til verdier på lambda på minst 380Å.

Dette gir ett bilde av veksten der lambda med sikkerhet vil være tilstede i samtlige filmer som er dannet ved substrattemperaturer mellom 500°C og 700°C. Ved temperaturer utenfor dette området kan det være andre faktorer som spiller inn på deponeringen (som for eksempel overgang mellom kontinuerlig til ikke kontinuerlig deponering og 3D veskt).

Fra laserfrekvensserien ser vi ingen satellittopper i θ -2 θ målinger med laserfrekvenser på 1Hz og 2Hz. I figur 5.5.6 er derfor intensiteten til satellittoppene relativt til hovedloben vist for forskjellige verdier av lambda.

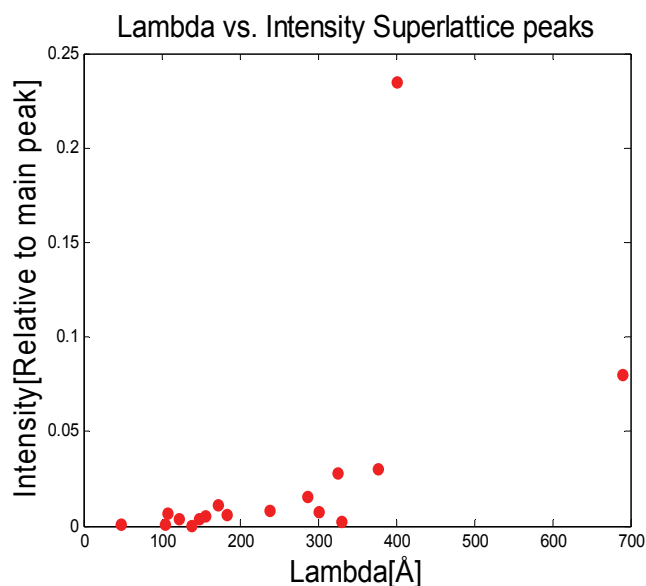


Fig 5.5.6: Intensiteten til satellittoppen på høyre og venstre side av hovedloben relativt til intensiteten til hovedloben, ved forskjellig lambda.

Fra figur 5.5.6 ser man en trend der intensiteten til satellittene faller når lambda minker. Dette er i overensstemmelse med figur 4.2.3 som viser at intensiteten til satellittene vil falle når satellittene er lenger unna hovedloben (lambda minker). Det er derfor mulig at filmene ved 1Hz og 2Hz har en lambda (d.v.s. er en del av Ruddlesden Popper serien), men at satellittene er for svake til å detekteres med θ -2 θ målingen. Det kunne også tenkes at satellittoppene i θ -2 θ målingen ved lave frekvenser ikke syntes da vi hadde en 3D vekst av Ruddlesden Popper serien ved disse laserfrekvensene. Dette er likevel lite trolig da det i laserfrekvensserien ikke var noen brå minking av høyden på c-aksen som man da skulle forvente.

Ved å ta utgangspunkt i figur 5.5.3 kan man forestille seg at det er deponeringsraten som til enhver tid eksisterer som bestemmer når man får en forflytning i planet lik $(a+b)/2$ på Ruddlesden Popper enhetscellen (d.v.s. at en ny enhetscelle dannes). En konstant deponeringsrate vil derfor kunne gi en bestemt n i Ruddlesden Popper serien.

Det kan tenkes at forhold som kan variere under vekst (temperatur, oksygentrykk, overflate på kildematerialet) kan påvirke deponeringsraten litt og da stigningstallet til grafen i figur 5.5.3 er 230 innebærer det at selv små endringer i deponeringsraten vil ha innvirkning på n i Ruddlesden Popper serien. Det kan derfor tenkes at vi har flere forskjellige verdier av n i hver film som følge av små endringer i deponeringsraten.

5.6 RHEED målinger

5.6.1 Vurdering av deponeringsrate basert på RHEED

Deponeringsraten til filmene ble beregnet ved å estimere at en oscillasjon i RHEED signalet tilsvarer vekst av 4.1\AA . En filmtykkelse på 4.1\AA er da estimert til å være tykkelsen til ett monolag.

En forutsetning for å beregne deponeringsraten er at man har ett RHEED signal med tydelige oscillasjoner, hvilket ikke alltid er tilfelle. Ett eksempel på ett godt RHEED signal er vist i figur 5.6.1 som viser RHEED signalet fra 10Hz filmen i laserfrekvensserien.

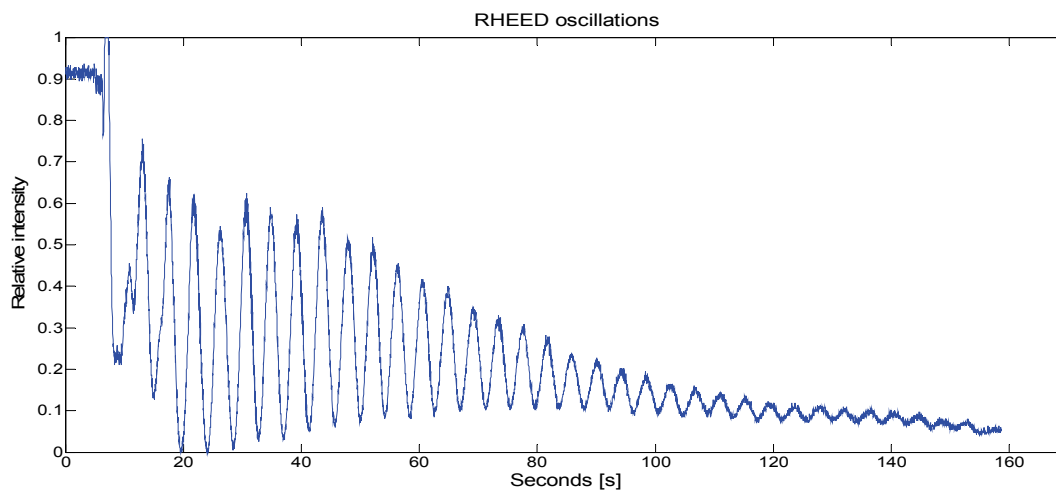


Fig 5.6.1: RHEED signal av 10Hz filmen fra laserfrekvensserien.

Oscillasjonene har en periodisitet på 4.3 sekunder hvilket innebærer en vekstrate på $0.95\text{\AA}/\text{sekund}$.

5.6.2 RHEED målinger av lange oscillasjoner

I tillegg til RHEED oscillasjoner som vist i figur 5.5.1 viste det seg å være oscillasjoner i RHEED signalet med en periodisitet i størrelsesorden på omtrent 260 sekunder. Disse blir referert til som langs RHEED oscillasjoner og måling av disse ble foretatt på de siste filmene som ble dannet. Resultatet av disse RHEED målingene er vist i figur 5.6.2 – figur 5.6.9.

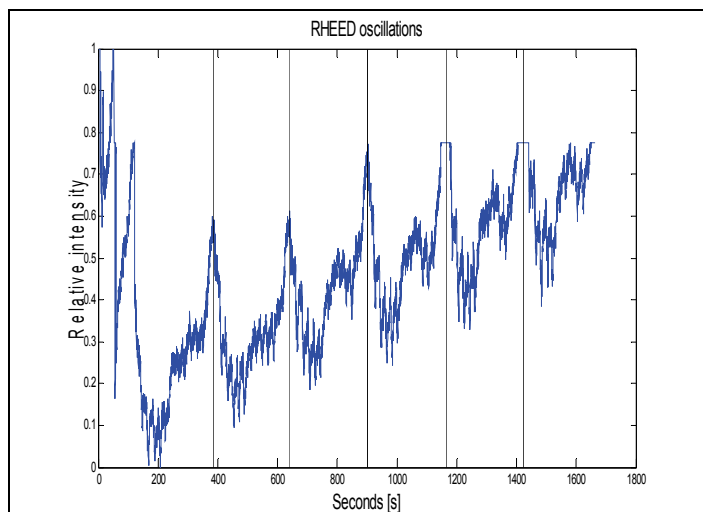


Fig 5.6.2: Lange RHEED oscillasjoner for film P70502. Linjer indikerer starten på en lang RHEED oscillasjon og er satt inn ved 385, 638, 901, 1163 og 1423 sekunder

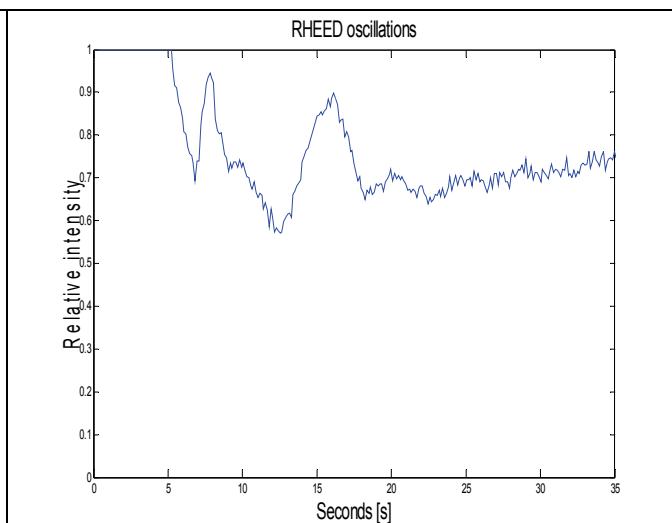


Fig 5.6.3: Rheed signal for film P70502 for de første oscillasjonene.

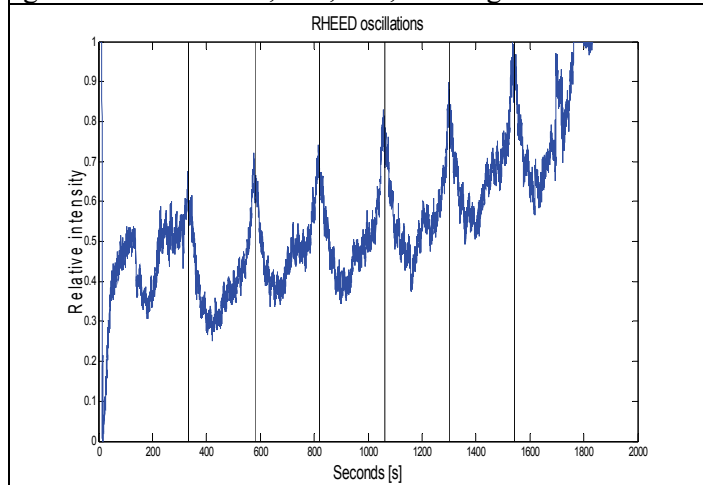


Fig 5.6.4: Lange RHEED oscillasjoner for film P70423. Linjer indikerer starten på en lang RHEED oscillasjon og er satt inn ved 335, 580, 820, 1062, 1302 og 1542 sekunder.

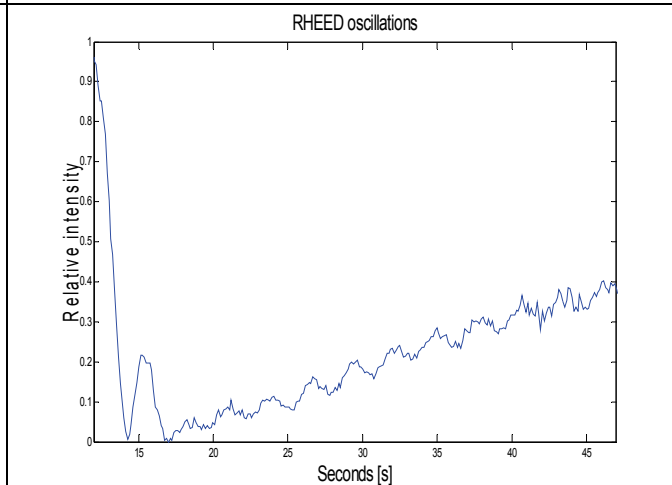


Fig 5.6.5: Rheed signal for film P70423 for de første oscillasjonene.

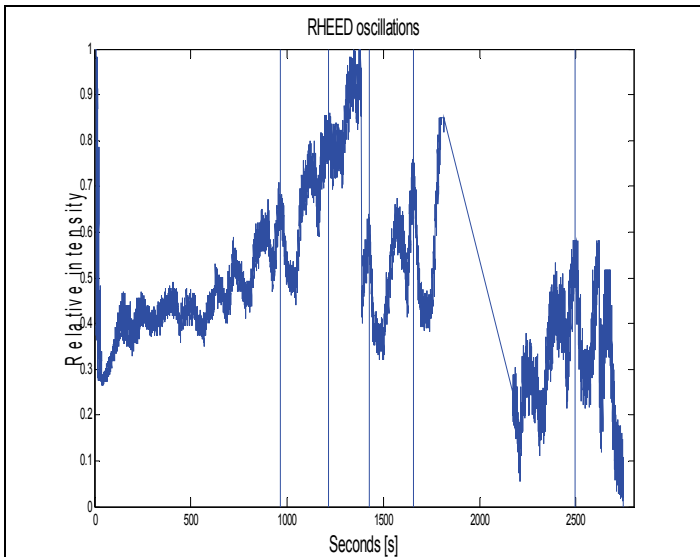


Fig 5.6.6: Lange RHEED oscillasjoner for film P70415. Linjer indikerer starten på en lang RHEED oscillasjon og er satt inn ved 965, 1215, 1425, 1655 og 2495 sekunder.

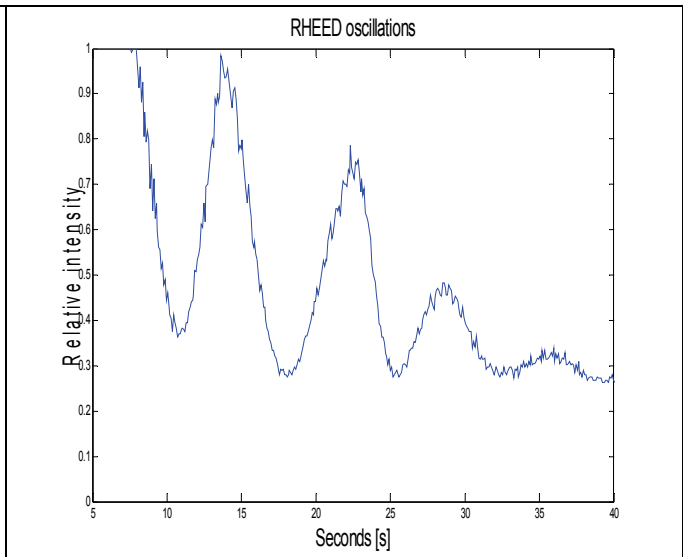


Fig 5.6.7: Rheed signal for film P70415 for de første oscillasjonene.

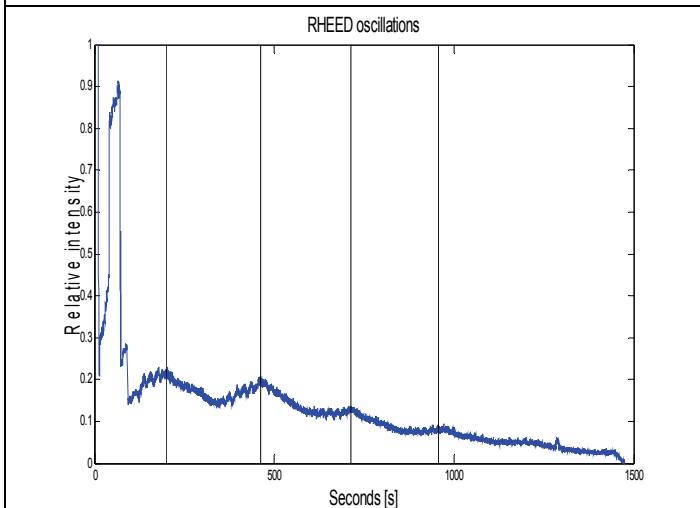


Fig 5.6.8: Lange RHEED oscillasjoner for P70503. Linjer indikerer starten på en lang RHEED oscillasjon og er satt inn ved 200, 462, 714 og 956 sekunder.

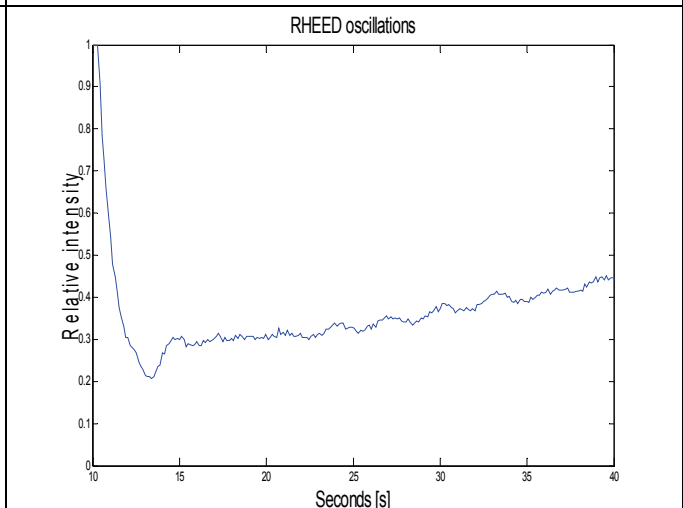


Fig 5.6.9: Rheed signal for film P70503 for de første oscillasjonene.

I figur 5.6.6 ser man en lang vertikal linje i RHEED mønsteret etter omtrent 1400 sekunder samt en rett linje mellom 1800 sekunder og 2100 sekunder. Det samme kan man se i begynnelsen av figur 5.6.8. Disse linjene skyldes justering av innfallende vinkel til elektronstrålen til RHEED. Dette ble gjort for at ikke RHEED signalet skulle gå i metning (d.v.s. intensiteten blir 100 %) slik at oscillasjonene fortsatt kunne observeres.

Resultatet av målingene av de lange RHEED oscillasjonene er vist i tabell 5.6.1. Deponeringsraten er basert på de første oscillasjonene som ble observert i RHEED signalet. I tabell 5.6.1 er tykkelsen som filmen har grodd under én lang RHEED periode beregnet. Denne beregningen er basert på den gjennomsnittlige tiden til en lang RHEED oscillasjon multiplisert med deponeringsraten og er betegnet som "Tykkelse til lang RHEED periode". I tabell 5.6.1 er også lambda som ble funnet fra θ -2 θ målingene vist.

Tabell 5.6.1: Sammenligning i tykkelsen basert på én lang RHEED oscillasjon og lambda funnet fra θ -2 θ måling.

Film	Vekstrate[Å/sekund]	Varighet lang RHEED periode[sekund]	Tykkelse til lang RHEED periode[Å]	Lambda funnet fra θ -2 θ måling[Å]
P70502	0.93	253	242	286
		263		
		262		
		260		
P70423	1.47	245	354	320
		240		
		242		
		240		
		240		
P70415	0.574	250	133	143
		210		
		230		
		235		
P70503	1.03*	262	260	400
		252		
		242		

*RHEED signalet til film P70503(figur 5.6.9) var veldig svakt og nøyaktig avlesning av perioden til én RHEED oscillasjon er umulig å foreta nøyaktig.

Tabell 5.6.1 viser at lambda funnet fra θ -2 θ målingene og tykkelsen som ble grodd under én lang RHEED oscillasjon har ett godt samsvar. For filmene P70502, P70423 og P70415 er det ett avvik mellom 10Å og 44Å hvilket er ett maskimalt avvik på under 14%. Film P70503 har ett avvik på 140Å som sannsynligvis skyldes at man under vekst av denne filmen hadde ett dårlig RHEED signal og at deponeringsraten som ble funnet derfor er noe unøyaktig.

5.6.3 RHEED bilder

I figur 5.6.10 og 5.6.11 er ett eksempel på ett RHEED bilde(film P70324) vist før og etter vekst av filmen.

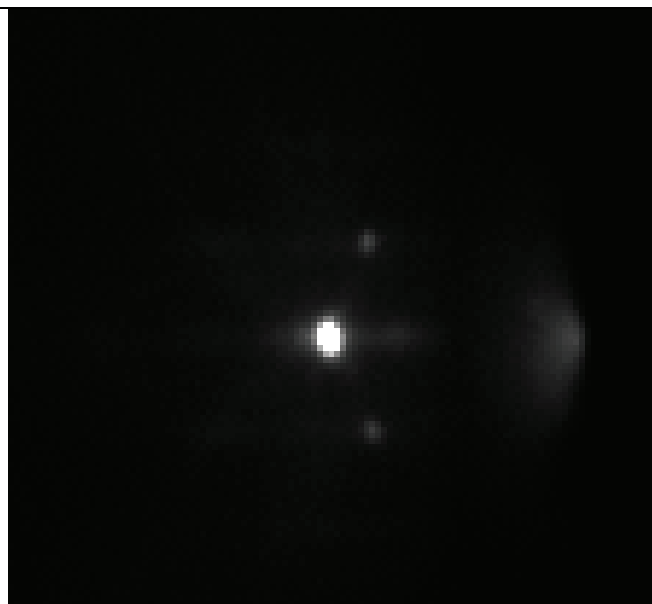


Fig 5.6.10: RHEED bilde før deponering.

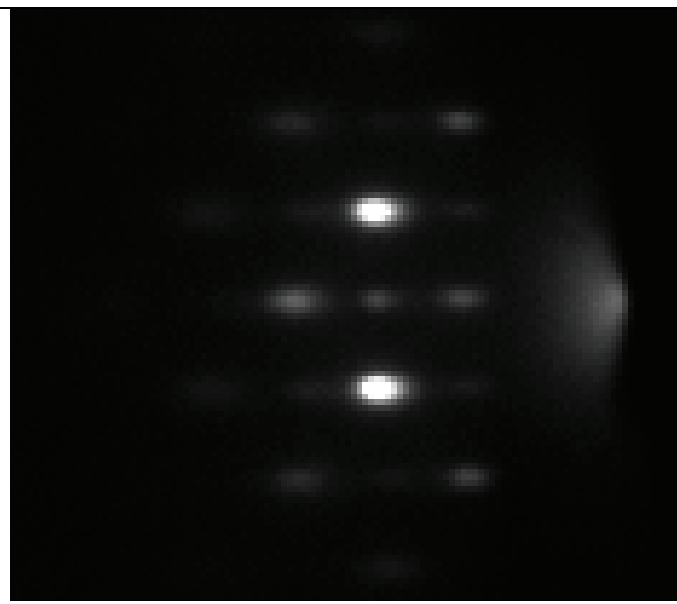


Fig 5.6.11: RHEED bilde etter deponering.

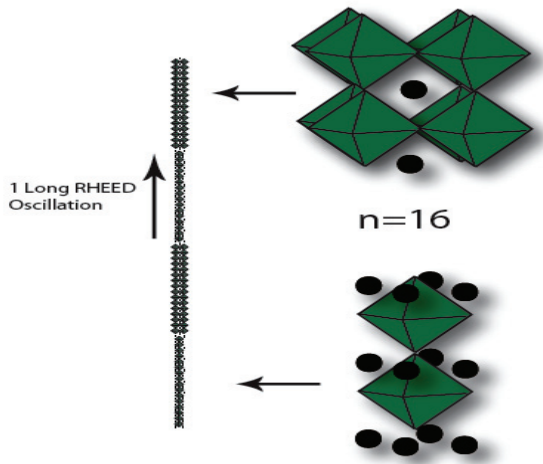
Distansen mellom hovedmaksimum(største lyspunkt i figur 5.5.10) og andreordens maksimum(de to svakere lyspunktene på hver side av hovedmaksimum) er lik 16 pixler før deponering. Disse 16 pixler tilsvarer da gitterparameteren i planet til substratet(for Nb:STO lik 3.906\AA). Bildet til høyre viser RHEED bilde etter at en film av BaSnO på 285nm er dannet. Avstanden mellom hovedmaksimum og andreordens maksimum er da lik 15 pixler.

For alle filmer er det typisk at avstanden mellom hovedmaksimum og andreordens maksimum varierer med 0.5pixel – 1pixel.

5.6.4 Diskusjon til RHEED målinger

Når vekstraten til filmen blir beregnet er det en del unøyaktigheter knyttet til tykkelsen som en RHEED oscillasjon tilsvarer samt usikkerhet ved avlesning av oscillasjonene ved dårlige RHEED signal. Når vi i tabell 5.6.1 likevel har en god overenskomst mellom tykkelsen som blir grodd under en lang RHEED oscillasjon og lambda funnet fra θ - 2θ målingene gir dette en god indikasjon en lang RHEED oscillasjon tilsvarer vekst av en lambda.

I figur 5.6.12 er høyden tilsvarende 2 Ruddlesden Popper enhetsceller vist for $n=16$.



Figur 5.6.12: Oppbygning av Ruddlesden Popper serien for $n=16$.
(Sirkler=Ba, kantene på octahedralene=O og senter i octahedralene = Sn)

I Ruddlesden Popper serien har vi at lengden på en enhetscelle tilsvarer to lambda fra θ - 2θ målingen. Den lange oscillasjonen i RHEED signalet kan da forklares som tiden det tar å danne en film før man får en forflytning i planet lik $(a+b)/2$ som er karakteristisk for Ruddlesden Popper serien (vist i figur 5.6.12).

I tabell 5.6.1 ser man at varigheten til den lange RHEED oscillasjonen varierer med opptil 16% for film P70415. Dette kan tyde på at tykkelsen på hvert lag varierer og at n dermed varierer internt i filmen.

Fra RSM målingene fra laserfrekvensserien vet vi at gitterparameteren i planet på filmen er over 4.1 \AA for filmer med tykkelser rundt 300 nm . Dette er minst 0.2 \AA mer enn gitterparameteren i planet på substratet og en kan derfor forvente at andreordens maksimum vil ligge nærmere hovedmaksimum etter at filmen er dannet. Avstanden mellom hovedmaksimum og andreordens maksimum før og etter vekst varierer med $0.5 \text{ pixel} - 1 \text{ pixel}$ for alle filmer og det er derfor tydelig at oppløsningen til kameraet som detekterer RHEED signalet er for dårlig til å kunne beregne gitterparameteren i planet til filmen i henhold til (4).

5.7 Oksygen mangel/overskudd i filmer

5.7.1 Annealing av film P70308

Under dannelsen av oksidfilmer kan det være dannet defekter i form av oksygen *mangel/overskudd*. Ved å varme opp filmen (annealing) og samtidig legge den i en atmosfære av oksygen kan man fjerne eller delvis fjerne slike defekter.

Film P70308 ble dannet ved 5 Hz og hadde lambda lik 147\AA ($n=36$). Denne filmen ble først varmet opp til 400°C i 8 timer og deretter varmet opp til 800°C i 8 timer. Imellom ble det foretatt θ - 2θ målinger som vist i figur 5.7.1. Ved annealing ble filmene lagt i en atmosfære av oksygen med en oksygen gjennomstrømning på 50ccm.

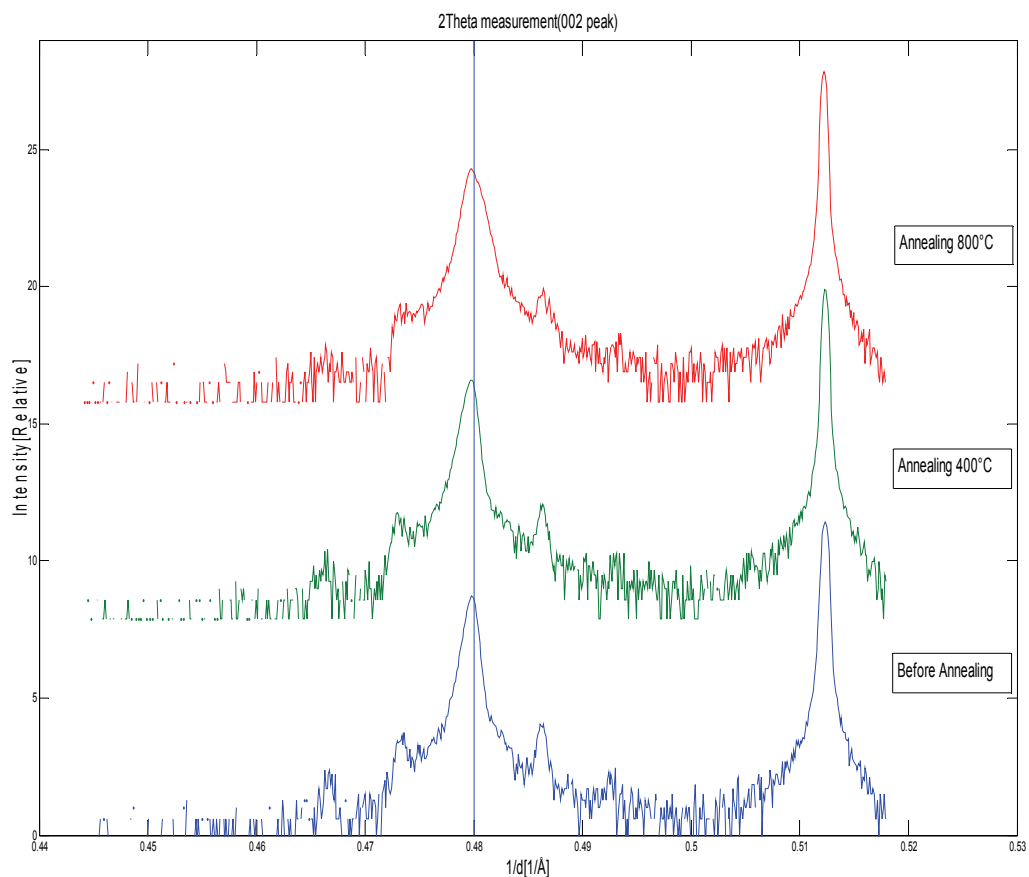


Fig 5.7.1: θ - 2θ målinger av filmer før annealing, etter annealing ved 400°C og etter annealing ved 800°C .

Figur 5.7.1 viser at satellittoppene i θ - 2θ målingene er stabile selv om filmen gjennomgikk annealing ved 400°C og 800°C .

5.7.2 Diskusjon til oksygen mangel/overskudd

Fra θ -2 θ målingene går det frem at satellittoppene blir litt svakere etter hvert som annealing temperaturen øker til 800°C. Dette skyldes at man ved annealing gradvis vil gå fra å ha enhetsceller ut av planet på filmen til å få enhetsceller fordelt i planet på filmen. Denne overgangen skjer da det kan være energimessig fordelaktig å ha Ruddlesden Popper enhetsceller i planet på filmen[26]. For STO er en overgang fra 2D vekst til 3D vekst registrert ved substrattemperaturer på 780°C(under visse deponeringsparametere)[25]. I samsvar med dette viser resultatet i figur 5.7.1 at satellittene begynner å forsvinne ved annealing ved 800°C.

5.8 Kapasitans- og lekkasjestrømmålinger

5.8.1 Lekkasjestrømmålinger

Film P70320 hadde en tykkelse estimert til 325nm og lambda funnet i θ -2 θ måling lik 210Å (n=51). Denne filmen ble belagt med elektroder og lekkasjestrømmen målt. Resultatet er vist i figur 5.8.1.

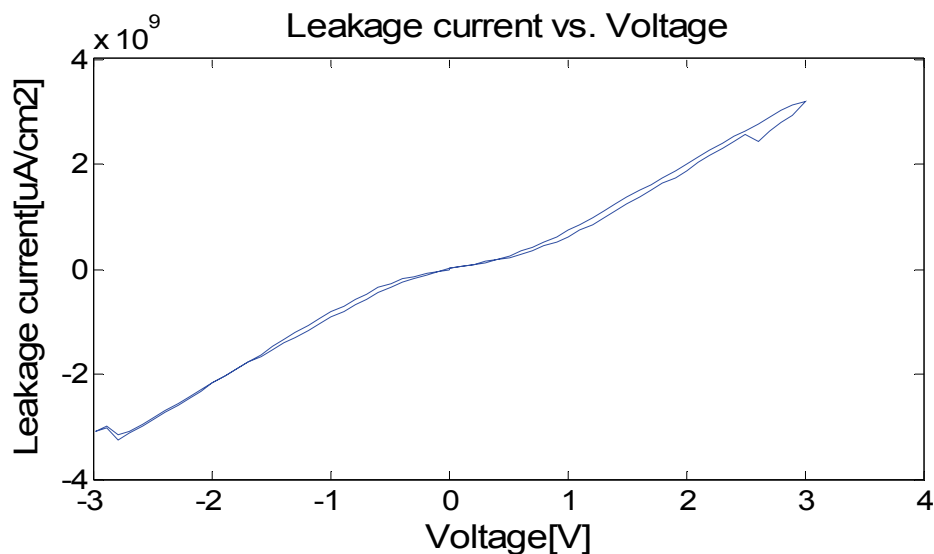


Fig 5.8.1: Lekkasjestrøm ved forskjellig spenning.

Sammenhengen mellom strøm og spenning er ulineær som indikerer at det er en schottky kontakt mellom film og substrat (Nb:STO), eller film og elektrode. Når måleprobene ble plassert på toppen av filmen viste det seg å være en lineær sammenheng mellom strøm og spenning. Dette tyder på at schottky kontakten oppstår mellom film og substrat.

5.8.2 Kapasitansmålinger

Figur 5.8.2 og 5.8.3 viser forholdet mellom kapasitans og spenning, samt permittivitet og spenning.

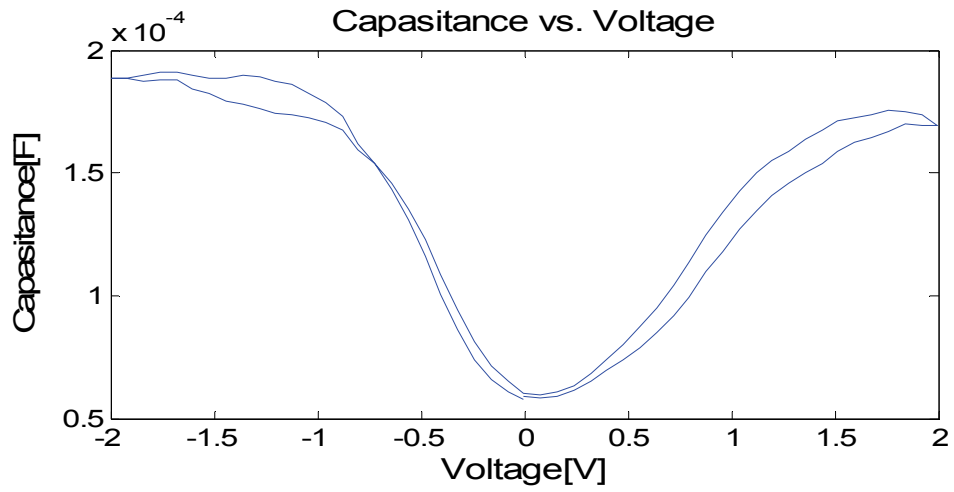


Fig 5.8.2: Kapasitans ved forskjellig spenning.

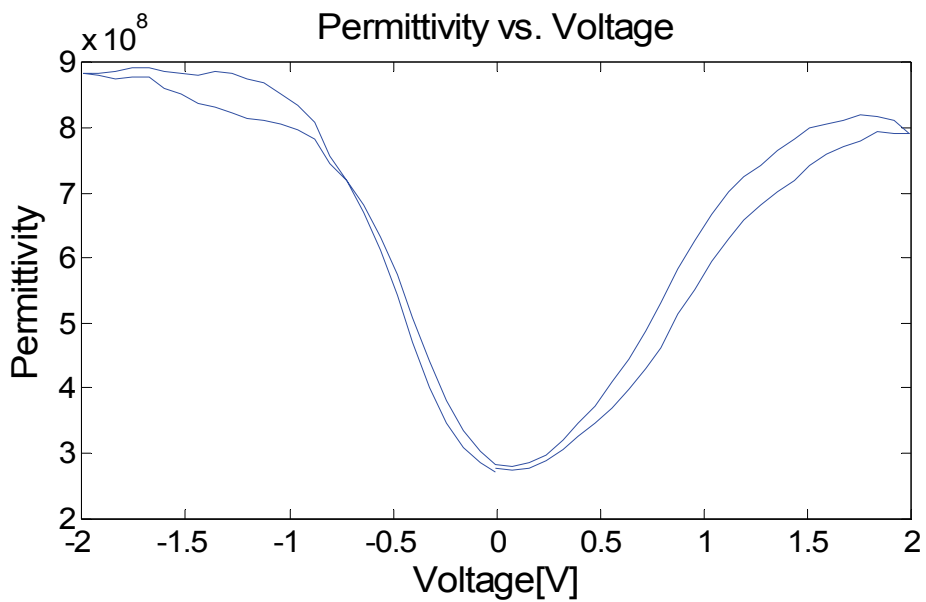


Fig 5.8.3: Permittivitet(ϵ) ved forskjellig spenning.

5.8.3 Resistansmålinger

Resistansmålinger ble foretatt på toppen av filmen med ett ohmmeter. Målingene ble foretatt fra midten av filmen til kantene som vist i figur 5.8.4 og figur 5.8.5.

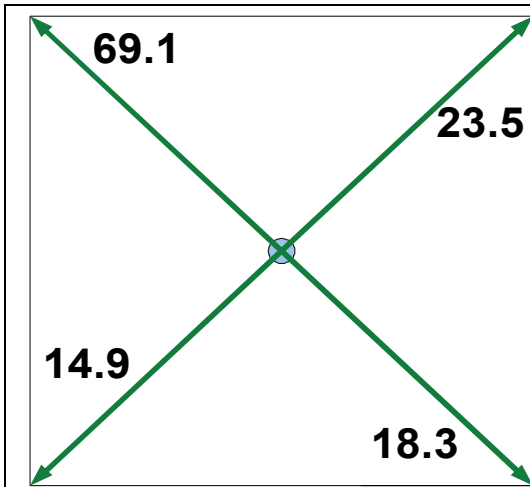


Fig 5.8.4: Resistansmålingene fra toppen av filmen. Målingene foretatt langs grønne linjer og verdier vist i Ω .

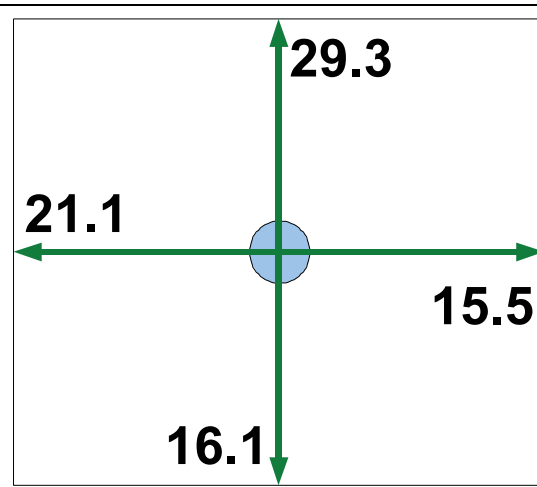


Fig 5.8.5: Resistansmålingene fra toppen av filmen. Målingene foretatt langs grønne linjer og verdier vist i Ω .

5.8.4 Diskusjon til Kapasitans- og lekkasjestrømmålinger

Lekkasjestrømmen som blir målt i figur 5.8.1 er veldig stor ($\sim 1 \text{ A/cm}^2$) og viser at oksidet ikke lenger er isolerende. Denne lekkasjestrømmen kan skyldes *mangel/overskudd* av oksygen eller andre defekter slik at anioner/kationer dannes i oksidet.

Den høye kapasitansen og permittiviteten som blir målt i figur 5.8.2 og figur 5.8.3 skyldes sannsynligvis den store lekkasjestrømmen og viser ikke den virkelige permittiviteten i oksidet.

Resistansmålingene i figur 5.8.4 og figur 5.8.5 viser at ett hjørne (øverst til venstre i figur 5.8.4) har høyere resistans enn de andre hjørnene. Dette indikerer at filmen er tynnere i dette hjørnet. Dette kan skyldes at sentrum av plasmaskyen er forskjøvet ett par millimeter fra sentrum av substratet under vekst, samtidig som substratet er vridd omtrent 45° for å få ett RHEED signal (RHEED elektronstrålen er da parallell med [100] retningen til substratet). Dette gjør at ett hjørne på substratet er lengre unna sentrum av plasmaskyen og resulterer i at filmen blir litt tynnere i dette hjørnet.

6 Konklusjon

I denne oppgaven er det blitt dannet BaSnO i Ruddlesden Popper serien der n varierer fra 169 ned til 4-5 for 2Hz filmen i laserfrekvensserien (ingen deponeringsrate funnet for 1Hz filmen). For 2Hz prøven ble n kalkulert basert på grafen i figur 5.5.1 og (14). Ved å senke deponeringsraten enda mer (ved å for eksempel senke lasereffekten eller øke distansen mellom substrat og kildematerialet) kan vi trolig danne Ruddlesden Popper enhetsceller med $n=1,2$ og 3. Ved å kontrollere verdien til n kan man nå kontrollere de dielektriske egenskapene til oksidet.

Den største utfordringen vil bestå i å kunne danne filmer der verdien til n er konstant igjennom hele filmen. Basert på de lange oscillasjonene i RHEED signalet er det sannsynlig at n vil variere igjennom filmtykkelsen. Det kan likevel tenkes at n kan være uniform for verdier mellom 1 og 10, da deponeringsraten da vil være svært lav og dermed muligens mer stabil.

Dersom man ønsker å endre de dielektriske egenskapene til oksidet er det trolig de laveste verdiene til n som er viktigst. Ved verdier av n over 50 vil enhetscellen være over 40nm høy og man kan forvente at de dielektriske egenskapene til denne enhetscellen vil være i nærheten til de som eksisterer ved $n=\infty$.

For videre undersøkelser av disse filmene bør TEM målinger utføres. Dette bør gjøres for å med sikkerhet anslå verdien til n i Ruddlesden Popper serien og å finne ut om hver film består av forskjellige verdier av n . Videre kan vi ved hjelp av TEM med sikkerhet fastslå om vi har en 2D vekst av Ruddlesden Popper serien eller en 3D vekst.

Det har lyktes å danne krystallinske filmer ved substrattemperaturer ned mot 450°C. Det bør derfor dannes flere filmer ved lave substrattemperaturer for å kartlegge en nedre temperaturgrense for deponering av BaSnO.

Referanser

- [1] *Dragan Damjanovic* : Ferroelectric, dielectric and piezoelectric properties of ferroelectric thin films and ceramics, Rep. Prog. Phys. 61 1998
- [2] *Roger H. Mitchell* : PEROVSKITES MODEREN AND ANCIENT,
- [3] *J. H. Haeni, C. D. Theis, and D. G. Schlom, W. Tian and X. Q. Pan, H. Chang, I. Takeuchi and X.-D. Xiang* : Epitaxial growth of the first five members of the SrTiO₃ Ruddlesden–Popper homologous series
- [4] Stephen E. Saddow, Anant Agarwal: Advances in Silicon Carbide Processing and Applications
- [5] *T.E. Jenkins* : Semiconductor Science; Growth and Characterization Techniques Prentice Hall, 1995
- [6] <http://e1.physik.uni-dortmund.de/e1b/OFPhys/061110.pdf>
- [7] *Ben G. Streetman and Sanjay Kumar Banerjee* : Solid State Electronic Devices
- [8] *S. Amelinckx, D. van Dyck, J. van Landuyt and G. van Tendeloo* : Handbook of Microscopy
- [9] Principles of X-ray Diffraction
(http://www.wiley-vch.de/templates/pdf/3527310525_c01.pdf)
- [10] *S.i Csizar* : X-ray diffraction on thin films and multilayers,
(<http://dissertations.ub.rug.nl/FILES/faculties/science/2005/s.i.csizar/c3.pdf>)
- [11] *Guus Rijnders* : The Initial Growth of Complex Oxides Study and manipulation,
- [12] *Guus Rijnders, Dave H.A. Blank, Junghoon Choi og Chang-Beom Eom* : Enhanced surface diffusion through termination conversion during epitaxial SrRuO₃ growth, , Appl. Phys Let. Vol. 84, Number 4. 2004
- [13] *Felix Ottol, Patrick Penzler, Andreas Ratz, Tobias Rump and Axel Voigt* : A diffuse-interface approximation for step flow in epitaxial growth, institute of physics publishing non linearity
- [14] *Ashis Garg* : Growth and Characterization of epitaxial oxide thin films, PHD at University of Cambridge, December 2001
- [15] *T. Ohnishi, H. Koinuma, M. Lippmaa* : Pulsed laser deposition of oxide thin films, Applied Surface Science 252 (2006) 2466–2471
- [16] HIGH ANGLE SCATTERING FROM MAGNETIC SUPERLATTICES (<http://www.lpm.u-nancy.fr/webperso/mangin.p/hercules/courshercules.html>)
- [17] *Nan Yao, Zhong Lin Wang* : Handbook of MICROSCOPY FOR NANOTECHNOLOGY
- [18] *M. Minohara, I. Ohkubo, H. Kumigashira og M. Oshimab* : Band diagrams of spin tunneling junctions La_{0.6}Sr_{0.4}MnO₃/Nb:SrTiO₃, APPLIED PHYSICS LETTERS **90**
and SrRuO₃/Nb:SrTiO₃ determined by *in situ* photoemission spectroscopy
- [19] <http://www.hostultra.com/~mhegazy/rheed.htm>
- [20] Scanning Probe Microscopy Training Notebook Version 3.0
Copyright © 2000 Digital Instruments, Veeco Metrology Group
- [21] TF ANALYZER 2000 FE-Module, axACCT Systems GmbH
- [22] Na Sai, B. Meyer and David Vanderbilt, Compositional Inversion Symmetry Breaking in Ferroelectric Perovskites, (Vol. 84, number 24 phys rev. lett. 12 june 2000)
- [23] *D. Noujni, S. Kamba, A. Pashkin, V. Bovtun, J. Petzelt, A-K. Axelsson, N. McN Alford, P.L. Wise, I.M. Reaney* : Temperature dependence of microwave and THz dielectric response in Sr_{n+1}Ti_nO_{3n+1} (n=1-4).
- [24] *J. H. Haeni, C. D. Theis, and D. G. Schlom, W. Tian and X. Q. Pan* : Transmission electron microscopy study of n=1-5 epitaxial thin films. (J. Mater. Res. Vol 16. No7 july 2001)
- [25] *Yoshiki IWAZAKI, Toshimasa SUZUKI, Shoichi SEKIGUCHI og Masayuki FUJIMOTO*: Artificial SrTiO₃/SrO Superlattices by Pulsed Laser Deposition
- [26] *Yoshiki IWAZAKI, Toshimasa SUZUKI, Shoichi SEKIGUCHI og Masayuki FUJIMOTO*: Thermal Stability of Artificial SrTiO₃/SrO Superlattices Epitaxially Grown on SrTiO₃ Single Crystal

Vedlegg 1: Tiltnotasjoner i perovskite oksider(Glazer notasjon)

Begrepet tilting benyttes for å betegne vridninger av octahedralene i perovskite oksider. Octahedralene kan vries i samme retning som nabo-octahedralene eller i motsatt retning som nabo-octahedralene. Dette betegnes henholdsvis som vridning i fase og anti-fase.

Indeksring:

Fravær av tilting i perovskite oksider betegnes med indeks 0.

Tilting i fase i perovskite oksider betegnes med indeks +

Tilting i anti-fase i perovskite oksider betegnes med indeks –

Eksempel 1:

En kubisk enhetscelle(romgruppe $Pm\bar{3}m$ - 12 fold symmetri) har fravær av tilt og betegnes da lik $a^0a^0a^0$.

Forskjellen i tilting er vist i figur 1 der octahedralene er tiltet i parallell(A) og anti-parallelt(B).

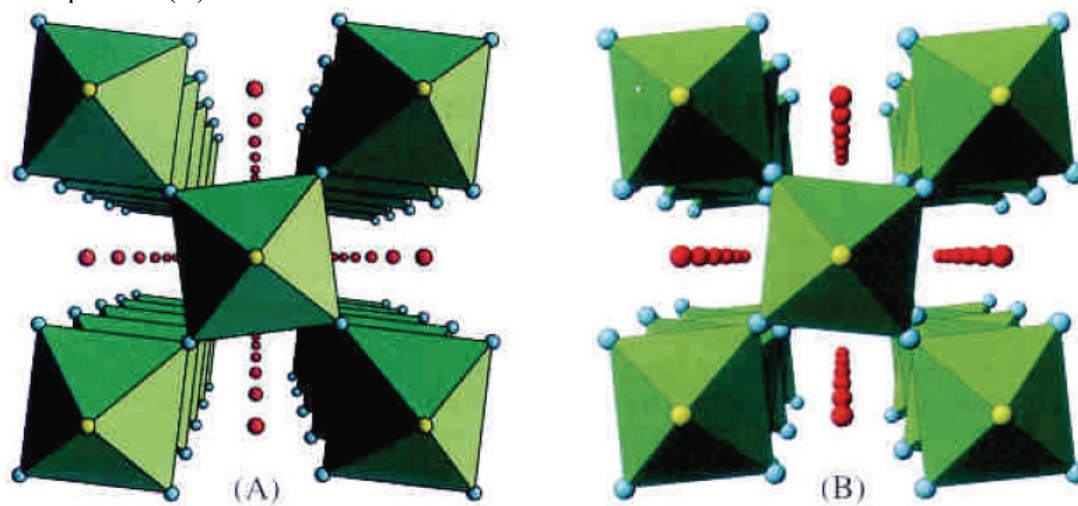


Fig 1: Tilting I fase $a^0 a^0 a^+$ (A) og anti-fase tilting $a^0 a^0 a^-$ (B)[2].

Eksempel 2:

Figur 2 – 5 viser ett tilt system $a^-a^-a^+$ ved forskjellige vinkler. Lengden av enhetscellen langs a, b og c –retningene er den samme og tiltingen langs a og b er antiparallell. I figur 3 ser man at octahedralene langs c-retningen(= $[001]$) er tiltet i fase. Figur 4 og 5 viser anti-fase tilting langs a- og b- aksene

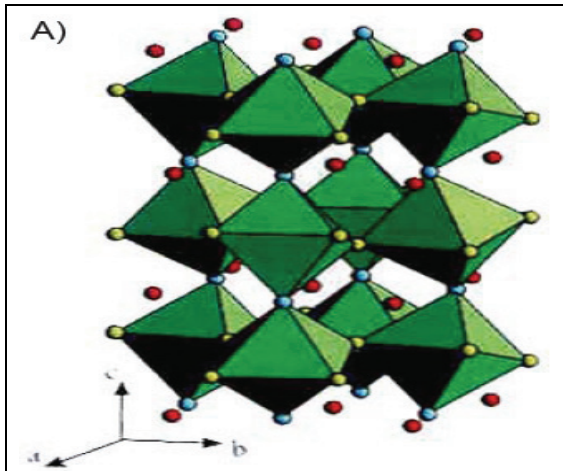


Fig 2: Prosjeksjon av tilt system $a^-a^-a^+$ [2]

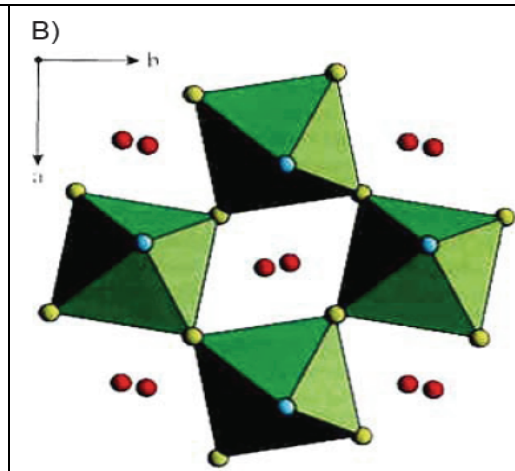


Fig 3: $[001]$ projeksjon av tilt system $a^-a^-a^+$ [2]

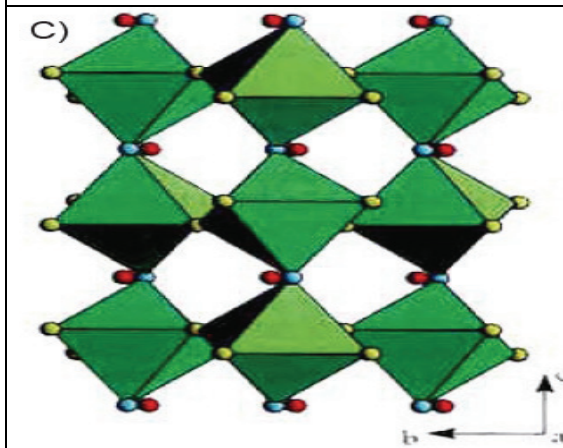


Fig 4: $[1010]$ projeksjon av tilt system $a^-a^-a^+$ [2]

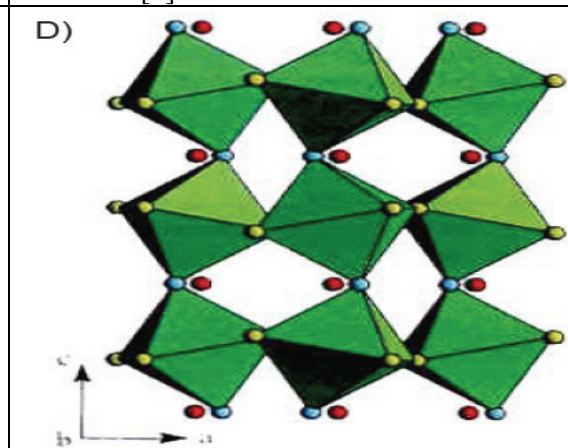


Fig 5: $[100]$ projeksjon av tilt system $a^-a^-a^+$ [2]

Vedlegg 2: JCPDS CARDS

Pattern : 00-015-0780		Radiation = 1.540600		Quality : High		
BaSnO ₃		<i>d</i> (Å)	<i>i</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
Barium Tin Oxide		2.91100	100	1	1	0
		2.37600	4	1	1	1
		2.05800	30	2	0	0
		1.68050	35	2	1	1
		1.45550	16	2	2	0
		1.30170	14	3	1	0
		1.18820	6	2	2	2
		1.10020	14	3	2	1
		1.02910	4	4	0	0
		0.97020	8	3	3	0
		0.92040	6	4	2	0
		0.87760	6	3	3	2
		0.84020	6	4	2	2
		0.80730	16	5	1	0
Lattice : Cubic		Mol. weight = 304.02				
S.G. : Pm-3m (221)		Volume [CD] = 69.75				
a = 4.11630		Dx = 7.238				
Z = 1		I/cor = 6.10				
<p>Color: Yellowish white Sample preparation: Sample was prepared from stoichiometric amounts of barium carbonate and stannic oxide, pressed into a pellet and heated at 1400 C for one hour. Analysis: Spectrographic analysis: ~0.1% Ca; 0.01-0.1% each of Al, Mg, Si, and Sr. Temperature of data collection: Pattern taken at 25 C. Data collection flag: Ambient.</p>						
Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 3, page 11 (1964)						
Radiation : CuKα1		Filter : Beta				
Lambda : 1.54050		d-sp : Not given				
SS/FOM : F14=111(0.0055,23)		Internal standard : W				

Pattern : 00-043-0010

Radiation = 1.540600

Quality : High

Ba₂SnO₄

Barium Tin Oxide

Lattice : Body-centered tetragonal

S.G. : I4/mmm (139)

a = 4.14310

c = 13.30210

Z = 2

Mol. weight = 457.35

Volume [CD] = 228.33

Dx = 6.652

I/Cor = 2.00

d (Å)	i	h	k	l
3.02900	90	1	0	3
2.93200	100	1	1	0
2.23900	12	1	0	5
2.21700	16	0	0	6
2.19900	14	1	1	4
2.07300	70	2	0	0
1.97770	5	2	0	2
1.76780	20	1	1	6
1.75830	5	2	0	4
1.72720	4	1	0	7
1.70970	60	2	1	3
1.66350	4	0	0	8
1.52020	8	2	1	5
1.51350	20	2	0	6
1.46500	20	2	2	0
1.44620	6	1	1	8
1.39230	5	1	0	9
1.31850	20	3	0	3
1.31030	16	3	1	0
1.29670	7	2	0	8
1.22190	10	2	2	6
1.21910	5	3	1	4
1.21100	4	1	1	10
1.16050	5	1	0	11
1.15520	6	2	1	9
1.12760	12	3	1	6
1.11230	18	3	2	3
1.09930	5	2	2	8

Sample preparation: Stoichiometric mixture of Ba C O₃ (Fluka, pure) and Sn O₂ (Aldrich, pure) heated for 7 hours at 1000 C in Al₂ O₃ crucible.
 Temperature of data collection: Pattern taken at 20 C.
 Color: White
 Data collection flag: Ambient.

Jie, Y., Eysel, W., Mineralogisch-Petrogr. Institut der Universitaet Heidelberg, Germany., ICDD Grant-in-Aid (1991)

Radiation : CuKa1

Lambda : 1.54060

SS/FOM : F28= 52(0.0122,44)

Filter : Monochromator crystal

d-sp : Guinier

Internal standard : Si

Pattern : 00-025-0077		Radiation = 1.540600		Quality : Indexed		
Ba ₃ Sn ₂ O ₇		<i>d</i> (Å)	<i>i</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
Barium Tin Oxide		10.60000	20	0	0	2
		5.36000	20	0	0	4
		3.58000	10	0	0	6
		2.97800	100	1	0	5
		2.92100	75	1	1	0
		2.68200	5	0	0	8
		2.46100	10	1	0	7
		2.26100	10	1	1	6
		2.14600	40	0	0	10
		2.06400	45	2	0	0
		1.97600	1	1	1	8
		1.78900	10	0	0	12
		1.76500	2	1	0	11
		1.73000	20	1	1	10
		1.69500	30	2	1	5
		1.58100	2	2	1	7
		1.53400	3	0	0	14
		1.52600	5	1	1	12
		1.48900	10	2	0	10
		1.45900	10	2	2	0
		1.35300	10	1	0	15
		1.30500	15	3	1	0
		1.20700	10	2	2	10
		1.13100	5	2	1	15
		1.11600	3	3	1	10
		1.10500	5	1	1	0
		1.03200	2	4	0	0
Lattice : Body-centered tetragonal S.G. : I4/mmm (139) a = 4.12900 c = 21.46000		Mol. weight = 761.37 Volume [CD] = 365.86 Dx = 3.456				
Data collection flag: Ambient.						
Appendino, Ramonda., Ann. Chim. (Rome), volume 61, page 54 (1971)						
Radiation : CuKα Lambda : 1.54180 SS/FOM : F27= 10(0.0340,77)		Filter : Not specified d-sp : Not given				