

Syntese av komplekse oksider med pulset laser deponering

Stig Lauvmo

Master i elektronikk
Oppgaven levert: Juli 2006
Hovedveileder: Thomas Tybell, IET
Biveileder(e): Ryota Takahashi, IET

Oppgavetekst

Pulset laser deponering er en attraktiv teknikk for deponering av epitaksielle tynnfilmer av komplekse oksider. Teknikken bygger på en pulset laser som slår løs materiale fra et target, som transporteres til et oppvarmet substrat der vekst forekommer.

Teknikken er spesielt interessant i og med at det gir sub-monolag kontroll av ad-atomene under vekst. Dette åpner for konstruksjon av materialer med forbedrede egenskaper gjennom vekst av supergitter.

Målet med oppgaven er:

- a) Hjelp til med installasjon og i gangkjøring av pulset laser deponerings lab.
- b) Karakterisering av tynnfilmer med XRD og AFM-studier.
- c) Studere hvordan pulset laser deponering kan brukes for å gro epitaksielle tynnfilmer av komplekse oksider, e.g ferroelektrika og ferromagnetiske materialer med vekst av BaTiO₃ og SrRuO₃

Oppgaven ble gitt: 16. Januar 2006

Veileder: Thomas Tybell

Oppgaven gitt: 16. januar 2006
Hovedveileder: Thomas Tybell, IET

Sammendrag

Norges første pulset laser deponerings (PLD) lab ble påbegynt høsten 2005 av NTNU i samarbeid med Sintef og ble ferdigstilt våren 2006. Pulset laser deponering brukes til deponering av komplekse oksider som SrRuO_3 (SRO) og BaTiO_3 (BTO), deponeringsmetoden til PLD er en fysikalsk fordampnings deponering. Metoden fungerer ved at pulset laserstråle slår løs targetmateriale som deponeres som en tynnfilm på et nærliggende substrat.

PLD laben består av en laser, to deponeringskammere, Sintef og NTNU kontrollerer hvert sitt, optikk for styring av laserstrålen og måleutstyr som strålingstermometer og wattmeter. For å kontrollere PLD parameterene som brukes under deponering brukes det et PC program. All kommunikasjon mellom PC og kammer gjøres gjennom en hylle på RS484 protokollen. Programvare, hylle og kammer er levert av Twente Solid State Technology (TSST).

Bestemmelse av vekstparameter for tynnfilmer av henholdsvis SRO og BTO ble gjennomført i begge kammerene. Karakterisering ble gjennomført på alle tynnfilmene ved hjelp av røntgendiffraksjon (XRD) og atomærkraft mikroskopi (AFM). Antall atomlag(N), avstanden mellom atomlagene(c) og full bredde halv maksimum (FWHM) verdien ble funnet ved hjelp av XRD. Ved hjelp av AFM ble kvaliteten til overflaten observert og stegstørrelsen ble bestemt.

Ideell veksttemperatur i Sintef kammeret ble funnet ved at SRO tynnfilmer ble grodd ved 5 forskjellige temperaturer 600, 650, 700, 750 og 800°C. Ut fra resultatene til denne serien ble det bestemt at tynnfilmen grodd ved en temperatur på 700°C ga best kvalitet. Ved denne temperaturen ble en jevn terrassestruktur observert med en steghøyde på 0,356 nm. Resistansen ble målt til 76 Ω over 2 mm av tynnfilmen, resistans målingene ble foretatt ved hjelp av et multimeter.

Vekstparametrene til BTO ble bestemt i NTNU kammeret. Temperaturen ble satt til 700°C mens laserenergien og oksygentrykket ble forandret. Laserenergien måtte bli redusert med 2 halvbølgeledere for å få effekten lav slik at tynnfilmene ikke ble for tykke, laserenergien ble redusert til 0,18 W. Filmer grodd ved en laserenergi på 0,18W og trykk på $5 \cdot 10^{-3}$ mbar produserte tynnfilmer med en jevn overflate. FWHM av BTO filmene varierte mellom 0,02° og 0,03°, som indikerte tynnfilmer av god krystallinks orden.

Innhold

1	Innledning	1
2	Resultater fra andre PLD grupper	2
2.1	SrRuO ₃ på SrTiO ₃ substrat	2
2.1.1	Vekstparameter	2
2.2	BaTiO ₃ på SrTiO ₃ substrat	4
2.2.1	Vekstparameter	4
3	Karakterisering	5
3.1	Røntgendiffraksjon	5
3.1.1	Skann metoder	7
3.2	Atomærkraft mikroskopi	8
4	Eksperimentell oppsett	9
4.1	Virkemåte pulset laser deponering	9
4.2	Laben	10
4.3	Laseren	10
4.4	Vakuumkammer	10
4.5	Optikk	11
4.6	Kommunikasjon moduler	12
4.7	Gass systemet	12
4.8	RHEED	12
4.9	Måle apparat	12
4.9.1	Effektmåler	12
4.9.2	Temperaturmåler	12
4.10	Bruk av PLD	13
4.10.1	Kontroll av laser operasjoner	13
4.10.2	Start av laser	14
4.11	Kontroll av deponering	15
4.11.1	Menyer	15
4.11.2	Oppstart	15
5	Praktisk arbeid	17
5.1	Før første deponering	17
5.1.1	Kamrene	17
5.1.2	Optikk	17
5.2	Før hver deponering	17
5.2.1	Tynnfilmvekst steg for steg	17
5.3	Vekstparameter bestemmelse	18
5.4	Substrat	19
5.5	Parameter under vekst	19
5.5.1	BaTiO ₃ vekst i NTNU kammer	20
5.5.2	SrRuO ₃ vekst i Sintef kammer	21
5.6	Karakterisering	22
5.6.1	AFM	22

5.6.2	XRD	22
6	Resultater	23
6.1	Laser fotavtrykk	23
6.2	Lasereffekt	23
6.3	Substratholder temperatur	24
6.4	Vekst av SrRuO ₃	24
6.5	Vekst av BaTiO ₃	29
7	Diskusjon	33
8	Konklusjon	35
A	Tastatur til Laser	37
B	Vedlikehold	39
B.1	Bytting av gass	39
C	Menyer programvaren	40
D	Oppskrifter	49
D.1	Oppskrift syntakser	51
D.2	Eksempel oppskrift	51
E	Matlab skript	53

Figurer

2.1	Plumen avhengig av trykk	2
3.1	Prinsipp skisse for XRD	5
3.2	Braggs lov skisse	6
3.3	XRD θ skann	7
3.4	AFM virkemåte	8
4.1	PLD kammer	9
4.2	Oppsett av PLD lab	10
4.3	Optikk oppsett på PLD lab	11
4.4	Håndholdt tastatur laser	13
4.5	Baksiden av laser	14
4.6	Hovedvinduet PC	15
5.1	AFM substrat	19
6.1	Laser fotavtrykk	23
6.2	Grafer over SRO parameter	25
6.3	XRD skann av SRO tynnfilmer.	26
6.4	AFM bilde av prøve nr S060403	27
6.5	AFM bilder $1 \cdot 1 \mu\text{m}$	28
6.6	Grafer over BTO resultater	30
6.7	XRD skann av BTO tynnfilmer	31
6.8	AFM BTO ved 0,025 mbar.	32
C.9	Filmenyen PC	40
C.10	Inn og utlesningsmeny PC	41
C.11	Gassmeny PC	42
C.12	Deponeringsmeny PC	42
C.13	Substratvarmers posisjoneringsmeny PC	44
C.14	Justering av tilt og asimut vinkler PC	44
C.15	Define Scan Area valg PC	45
C.16	Scan Area type meny PC	45
C.17	Rundt target valg PC	46
C.18	Firkantet target valg PC	46
C.19	Targetholder fart PC	46
C.20	Spesialmeny PC	47
C.21	Laserkontroll meny PC	47
C.22	Laser parametere meny PC	48
D.23	Oppskriftmeny PC	49
D.24	Valg oppskrift PC	49
D.25	Editere oppskriften PC	50
D.26	Oppskrift kommandoer PC	50

Tabeller

5.1	Substrat og target informasjon under vekst i NTNU kammer.	20
5.2	Substratvarmer og gass parametere under vekst i NTNU kammer.	20
5.3	Oversikt over laserparametere under vekst brukt i NTNU kammer.	20
5.4	Oversikt over substrat og target brukt under vekst i Sintef kammeret.	21
5.5	Gass og substratvarmer parameter fra vekst i Sintef kammer vekstparametere.	21
5.6	Laser parametere bruk under vekst i Sintef kammer.	21
6.1	Resultatene til SRO filmene grodd i Sintef kammer.	24
6.2	Resultater av BTO tynnfilmer	29

Forkortelser og definisjoner

PLD - *Pulsed Laser Deposition*, Pulset laser deponering

FWHM - *Full Width Half Maximum*, Full bredde halv maksimum

XRD - *X-ray Diffraction*, Røtgendiffraksjon

AFM - *Atomic Force Microscopy*, Atomærkraft mikroskopi

PVD - *Physical vapour deposition*, Fysikalsk fordampning deponering

RMS - *Root Mean Square*, Kvadratisk middelvei

CPS - *Counts per Second*, tellning per sekund (intensitet)

RHEED - *Reflection High Energy Electron Diffraction*

1 Innledning

Norges første pulset laser deponerings lab ble konstruert høsten 2005 av NTNU i samarbeid med Sintef og ble ferdigstilt våren 2006.

Pulset laser deponering (PLD) bruker en fysikalsk fordampnings deponerings metode. Denne deponerings metode fungerer ved at en laser slår løs partikler fra et materiale, kalt target, partiklene legger seg på et substrat og en tynnfilm vokser fram. Veksten foregår over 2 perioder, partiklene slås løs når laserpulsen treffer targetoverflaten og det vil oppstå en sky av partikler kalt plume. Mellom pulsene vil partiklene på overflaten av substratet diffundere og tynnfilmen bygges opp.

PLD gir en god kontroll av tykkelsen til tynnfilmene. Dette sammen med at forskjellige materialer kan bli deponert i kammeret i den samme deponeringssesjonen, gjør at supergitter er lette å konstruere. Supergitter er lag på noen få nm av forskjellige materialer deponert oppå hverandre, dette gir materialer med nye/forsterkede fysiske egenskaper. Støkiometriske og monokrystallinske tynnfilmer er lette å deponere. Støkiometriske filmer vil si at den grodde tynnfilmen har en material sammensetning lik det materiale som blir slått løs. Monokrystallinske filmer er bygd opp som en enkel krystall.

Komplekse oksider tiltrekker seg stor oppmerksomhet siden de har mange spennende fysikalske egenskaper som ferroelektrisk, dielektrisitet, og superledning [1].

Tynnfilmer av SrRuO_3 (SRO) ble grodd og optimalisering av veksttemperatur ble gjennomført. Tynnfilmer av BaTiO_3 (BTO) ble grodd og vekstparametere optimalisering av temperatur, laserenergi og oksygentrykk ble funnet. Karakteriseringen av vekstparametere ble gjennomført ved hjelp XRD og AFM.

En gjennomgang av PLD eksperiment vil bli foretatt i kapittel 2, resultatene til andre PLD grupper som har brukt pulset laser deponering til å gro BTO og SRO vil bli vist. Teorien til karakteriserings metoder AFM og XRD vil bli gjennomgått i kapittel 3. Kapittel 4 beskriver NTNU/Sintefs PLD lab, teorien til pulset laser deponering, oppsettet til laben og programvaren der all deponering blir styrt. For å få gode tynnfilmer er det viktig at laben blir startet opp riktig og blir vedlikeholdt regelmessig. Forbedringer, utbygging av lab og prosedyrer for tynnfilm vekst diskuteres i kapittel 5. Resultatene fra tynnfilm vekst og klargjøringen av PLD laben blir gjennomgått i kapittel 6.

I vedlegg A er det en gjennomgang av lasertastaturet som brukes til kontroll av laseren hvis laseren ikke er tilkoblet PC. Prosedyrer for gassbytte i laseren finns i vedlegg B. I vedlegg C blir dataprogrammet grundig gjennomgått. Vedlegg D forklarer hvordan oppskrifter kan bli laget og viser eksempler på oppskrifter. Vedlegg E inneholder Matlab skriptet som bruke til approksimasjon av tynnfilmenes parametere.

Rapporten er en videreføring av prosjekt levert NTNU, Institutt for Elektronikk og Telekommunikasjon, desember 2005 [2].

2 Resultater fra andre PLD grupper

Vekst av tynnfilmer med god kvalitet krever god kontroll over prosess parameterne. Prosessparametere som kan bli justert er substrattemperatur, substratmaterial, laser intensitet, laserens repetisjonsrate og gasstrykk av oksygen, nitrogen, argon eller blandinger av disse.

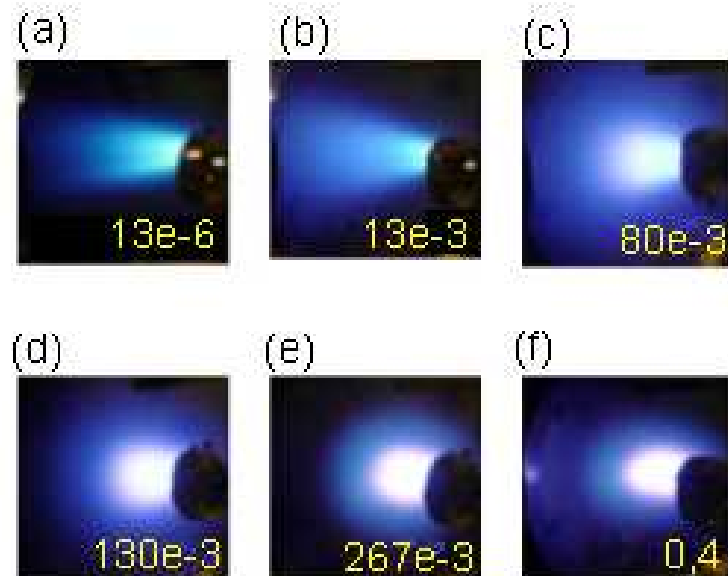
2.1 SrRuO₃ på SrTiO₃ substrat

SrRuO₃ har en perovskitt struktur, er et ferromagnetisk materiale under 160°K og en av de best ledende oksidene. SRO er kjemisk stabilt helt opp til 950°C og kan brukes som elektroder i oksid baserte elektroniske kretser [1].

2.1.1 Vekstparameter

Oksygentrykk Oksygentrykket under deponering kontrollerer stress i gitteret, gitter konstanter, deponeringsrate og overflatekvaliteten til filmene.

Eksperimenter foretatt av Yoo et al. viste at SrRuO₃ tynnfilmer som ble grodd ved lave oksygentrykk ($0,12 \cdot 10^{-3}$ - $1,2 \cdot 10^{-3}$ mbar) hadde større gitterkonstanter 0,398-0,400 nm enn bulk 0,393 nm. Da trykket i vekstkammeret ble økt til $80 \cdot 10^{-3}$ mbar minsket gitterkonstanten til 0,360 nm. Tynnfilmer grodd i oksygentrykk under $13 \cdot 10^{-3}$ mbar viste seg å ha betydelig stress i gitterstrukturen som oversteg 1%. Stresset ble redusert når trykket økte til 10 mbar. Ved oksygentrykk på 0,13 og 0,27 mbar ble høyeste Curie temperaturene (T_c) funnet ved 145°K og 143°K. T_c var lavere enn ved bulk (163°K) sannsynligvis på grunn av en høyere strukturell uorden i tynnfilmen. Ved filmer grodd ved 0,4 mbar ble det funnet to ferromagnetiske overganger, ved 112°K og 133°K, [3].



Figur 2.1: Viser størrelsen på plumen etter hvert som trykket (mbar) i kammeret blir økt, [3].

Figur 2.1 viser plumen ut fra target når oksygentrykk blir forandret. Når trykket blir redusert til under $13 \cdot 10^{-3}$ mbar blir plumen rettet forover, ved trykk over $80 \cdot 10^{-3}$ mbar blir plume formen isotropisk. Forandringen er på grunn av at ved økende trykk vil den midlere fri vei lengde til atomene bli redusert. Energien til det utslåtte materiale vil forandres ved trykk over $80 \cdot 10^{-3}$ mbar [3].

Oksygentrykk ved $1.3 \cdot 10^{-3}$ mbar viser filmen 3D øy vekst med en lav middelveirdi (RMS) grovhet på 0,7 nm. Ved $13 \cdot 10^{-3}$ viser filmen en liknende 3D vekst, med en lav RMS på 1,1 nm og det ble dannet formasjon av dype furer langs (100) og (010) planene. 3D vekst er øyer som vokser i x, y og z retning.

Terrasse og stegstrukturer ble dannet når oksygentrykket ble $80 \cdot 10^{-3}$ mbar, steghøyden ble 3,6 nm. Bredden til terrassene økte da trykket økte ($130 \cdot 10^{-3}$ mbar). Filmer som ble grodd ved $267 \cdot 10^{-3}$ mbar hadde en unik overflate der terrasser med 2 forskjellige steg typer ble observert. Det ble ikke observert noen hull eller øyer ved dette oksygentrykket [3]. Med et høyt oksygentrykk (0,4 mbar) vises det igjen øyer, men disse øyene er større enn de som ble observert ved lavt trykk ($1,3 \cdot 10^{-3}$ og $13 \cdot 10^{-3}$ mbar).

Temperatur Deponerings temperatur kontrollerer krystallasjonen og tykkelsen til tynnfilmene. For å få gunstige tynnfilmene kan ikke filmene være amorfe, SRO tynnfilmene deponert under 400°C er amorfe.

Antall laserpulser som trengs for å fullføre det første krystallaget med SRO på substratet er avhengig av temperaturen. Ved 700°C trengs nok partikler til å deponere to krystallag for å gro ett lag av SRO. Ved 500°C trengs partikler nok til å gro 1,5 krystallag for å fullføre det første laget av SRO [1].

Choe et al. viste at kvaliteten på ultratynn (5nm) SrRuO₃ på SrTiO₃ substrat, grodd ved hjelp av PLD er meget avhengig av veksttemperaturen [4]. Et resultat av å variere veksttemperaturen var oppdagelsen av en kritisk temperatur ved $\sim 500^\circ\text{C}$, under denne temperaturen er det ingen krystallasjon. Andre grensetemperaturer som ble funnet var at over 500°C begynner SRO å gro epitaksial med en bred ordning langs (110) domenet, ved $\sim 600^\circ\text{C}$ ble grupperingen i samme plan bedret betraktelig, mens ved 650°C ble det ikke funnet noen bedring i atomordning, men overflaten ble mer ujevn [4].

Eksperiment oppsettet til Choe et. al. var en KrF laser (248 nm 30ns FWHM) som opererte ved 10 Hz, laseren ble line fokusert på et SRO target som roterte med en hastighet på 8 r/min, energien til laseren var på 2 J/cm^2 . Får å finne temperatur avhengigheten ble tynnfilmene grodd i varierende temperatur fra 300 til 650°C under det samme oksygentrykket på $66 \cdot 10^{-3}$ mbar[4].

Filmtykkelse Orgianni et al. viste at filmer tykkere enn 1000 Å hadde metalliske egenskaper for hele temperaturspektre. Når tykkelsen på tynnfilmene blir redusert vil den ferromagnetisk transisjonen skje ved lavere og lavere temperaturer. Ved en temperaturer under 30 K og filmtykkelse tynnere enn 80 Å får filmen halvleder egenskaper. Egenskapene forandrer seg ved tykkelsen fordi filmene vil ha forskjellige stress spenninger alt etter som hvor tykk filmene er, spenninger øker langs c-aksen og det vil bli en sammenpresning i a-b planet når tykkelsen bli redusert [5].

2.2 BaTiO₃ på SrTiO₃ substrat

BaTiO₃(BTO) er et ferroelektrisk materiale med en høy dielektrisk konstant. BTO har en perovskitt struktur i likhet med SRO.

2.2.1 Vekstparameter

Oksygentrykk Mi et al. viste at under høyt trykk (0,3 mbar) er BTO tynnfilmen a og b gitter parameter på 4,00 Å og c 3,99 Å, enhetscellen er nesten kubisk. Tynnfilmen deponert under lavt oksygentrykk $2 \cdot 10^{-3}$ mbar viste en tetragonal form, med gitter parametere a og b på 4,01 Å og c på 4,11 Å. Enhetslements volum var også avhengig av deponeringstrykket, ved høyt trykk var volumet lik bulk verdien, mens ved lavt trykk hadde enhetselementet et volum forskjell på 2,7% i forhold til bulk verdien. Forklaringen til dette kan være oksygen mangel i tynnfilmlaget som ble deponert under lavt oksygen trykk [6].

Temperatur Kreutz et al. viste at strukturen til BTO tynnfilmen forandret seg 10% når substrat temperaturen ble øket fra 550 til 700°C, under et oksygen trykk på 0,2 mbar. Den dielektriske konstanten varierte mellom $\epsilon_r=1000-2200$ når substrattemperaturen ble variert mellom 550 til 700°C, ϵ_r økte med økende temperatur [7].

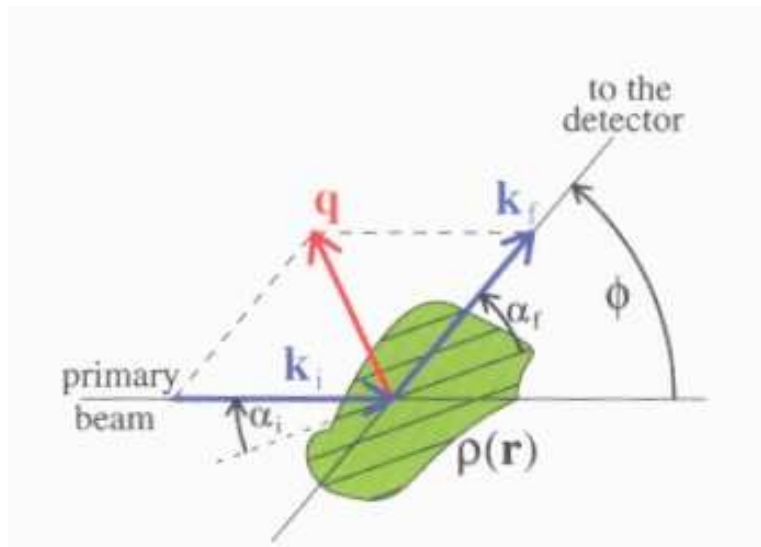
Filmtykkelse Zhao et al. deponerte en serie av BaTiO₃(BTO) tynnfilmer ved varierende tykkelse mellom 10 og 400 nm under et oksygen trykk på $2 \cdot 10^{-6}$ mbar. Forholdet mellom a og c på en BTO enhetselement er tykkelses avhengig. Ved 10 nm tykkelse ble c/a forholdet utregnet til 1,08, 40 nm c/a = 1,035, 90 nm c/a = 1,025 og ved 400 nm tykke filmer c/a = 1,02, tynnfilmen vil bli mer kubisk når filmtykkelsen øker, men alle c/a verdiene er større en bulk verdien til BTO [8].

3 Karakterisering

For å se på kvaliteten til prøvene er karakterisering nødvendig. Dette må gjøres både før vekst, slik at substrat med feil kan bli sortert bort og etter vekst for å se hvordan de vekstparametrene som ble brukt fungerte i praksis. To karakteriserings metoder XRD og AFM skal her bli gjennomgått, kapittel 5.6 forklarer hvordan karakterisering ble gjennomført i praksis.

3.1 Røntgendiffraksjon

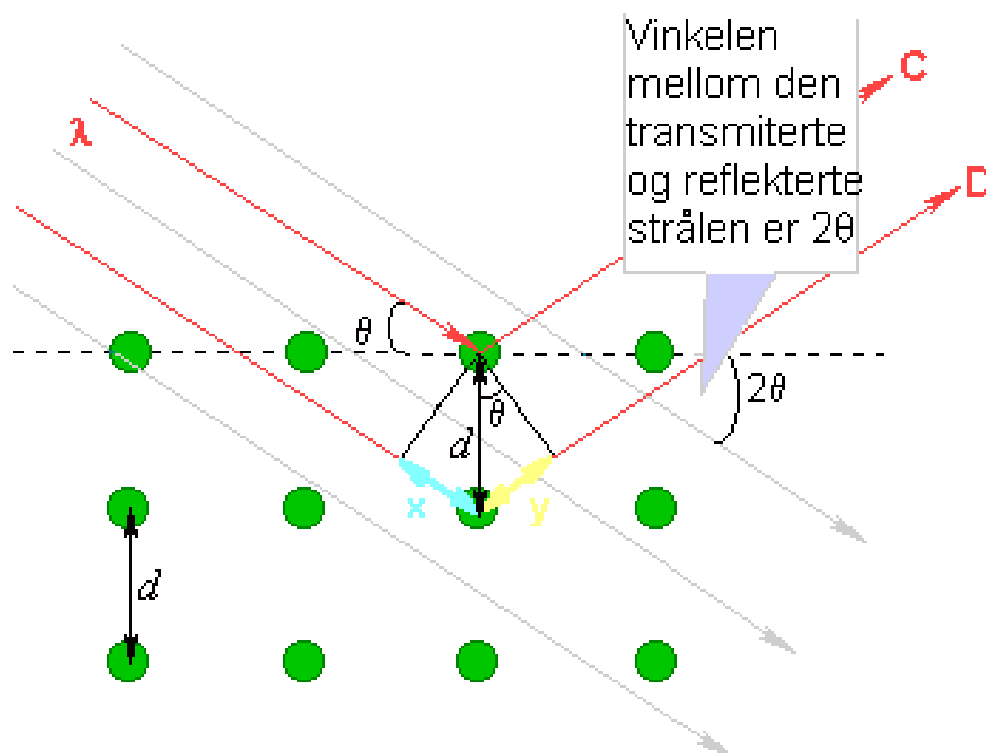
Røntgendiffraksjon (XRD) er brukt for å utforske de strukturelle egenskapene til krystaller, amorf eller lag system og store mengder informasjon kan bli tatt fram fra disse dataene. XRD kan være overflate eller bulk følsom alt etter hvilke parametre som blir brukt, oppløsningen kan justeres mellom subångstrøm opp til mikrometer [9]. Egenskapene som kan bli funnet ved hjelp av XRD er; gitterparametre, kvaliteten, jevnheten til overflaten og tykkelse.



Figur 3.1: Prinsipp skisse for XRD [9].

Figur 3.1 viser prinsipp skisse for røntgenstråle spredning. Når en røntgen strålen treffer prøven vil den bli spredd av de ladede partiklene, atomer eller elektroner. Intensiteten til den spredde strålen er proporsjonal til $1/m^2$, hvor m er massen til partiklene, så elektroner er det eneste som må taes hensyn til.

For en enkel tilnærming blir det antatt at spredningen er elastisk og at et foton bare blir spredd en gang. En plan bølge vil treffe prøven og elektronet sprer den innkommende bølgen, resultatet er en kuleformet bølge. Hvis en røntgenstrålen treffer en krystall vil den resulterende kulebølgen, som kommer fra hver lade partikkel, gi informasjon om oppbygningen til krystallet, dette er vist i figur. Dette kan tilnærmes med Braggs lov som kan sees i figur 3.2 og ligning 3.1 [9].



Figur 3.2: Skisse over Braggs lov.

Braggs lov:

$$n\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (3.1)$$

n = et heltall

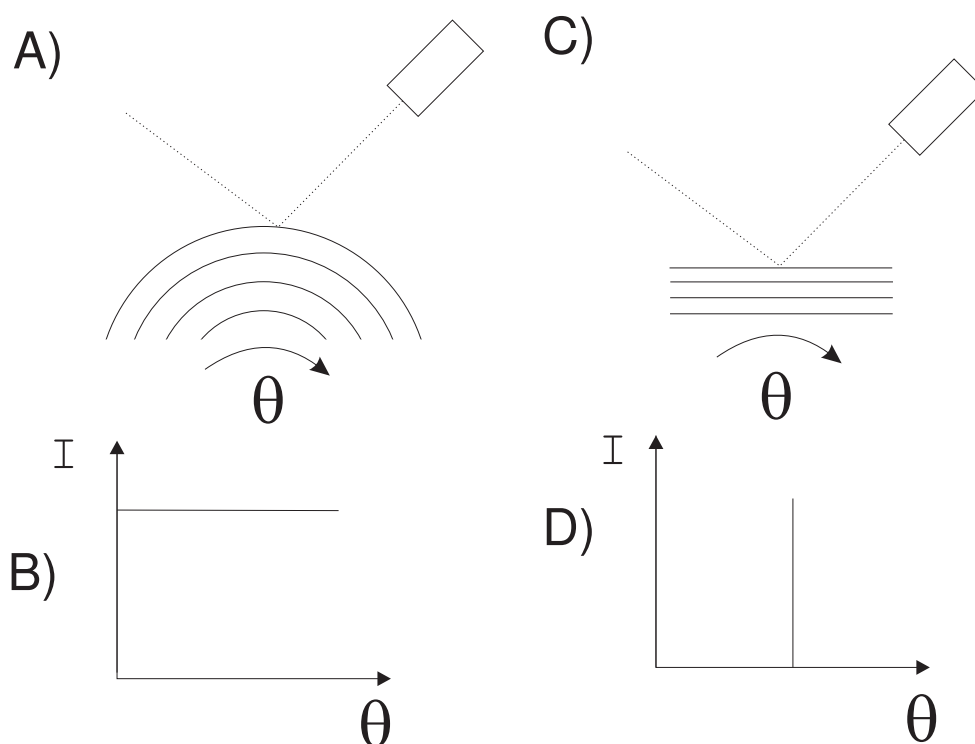
λ = bølgelengden til røntgenbølgen

d = avstanden mellom atomlag

θ = vinkelen mellom atomlag og XRD strålen

3.1.1 Skann metoder

$\theta/2\theta$ (UC) og θ (RC) skann ble gjennomført av tynnfilmenen.

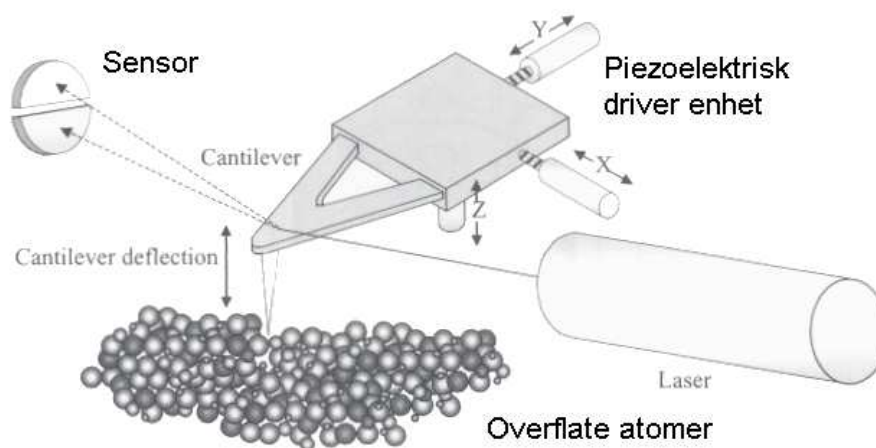


Figur 3.3: Virkemåte XRD θ skann

θ skann måler hvor flat hvert atomlag er, figur 3.3 viser ideell versjonene av dette. Hvis lagene er "sirkel" formede (a) vil det være refleksjon samme hva vinkelen θ er. Dette vil sees på skannet som en konstant intensitet over alle vinkler (b). Hvis atomlagene er flate (c) vil bare en θ vinkel gi refleksjon og resultatet vil være intensitet med maks verdi ved bare en vinkel (d) alle andre vinkler gir ikke refleksjoner. Tykkelsen på resultatet etter et RC skann vil beskrive hvor perfekt atomlagene er.

3.2 Atomærkraft mikroskopi

Atomærkraft mikroskopi (AFM) brukes for å karakterisere overflater, AFM lager et bilde av overflaten med en høydeoppløsning helt ned til sub nm.



Figur 3.4: Virkemåte til AFM [10].

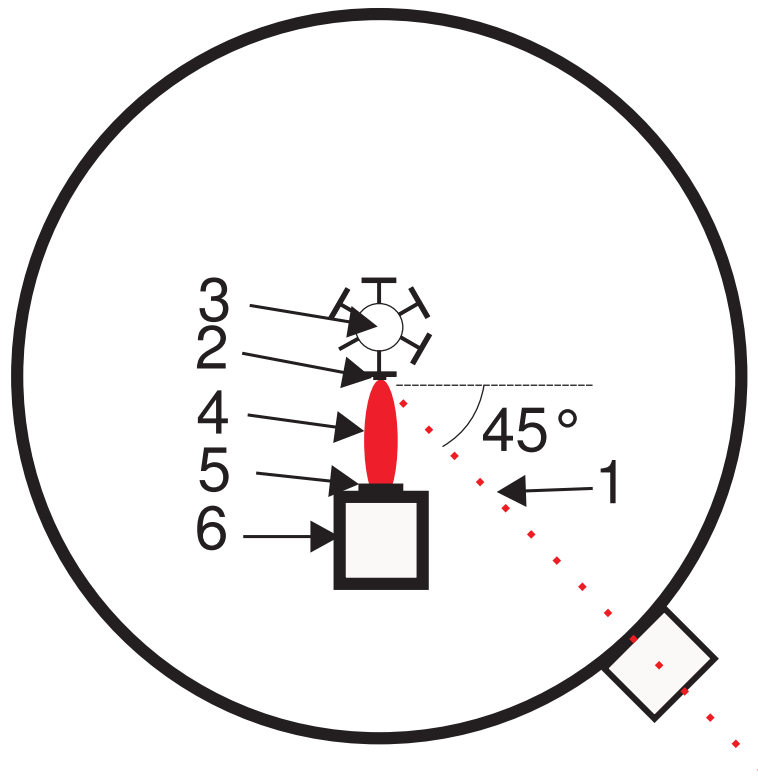
Figur 3.4 viser virkemåten til AFM, en laser stråler ned på en probe¹, denne vil bevege seg etter ujevnheter til overflaten. Proben er så nær overflaten at atomærkrefter virker på proben [10]. Det er mange forskjellige variasjoner av AFM teknologi. Den enkleste er at opp og ned bevegelsene blir målt av en laserstråle som blir reflektert på tuppen av cantileveren og målt av en fotodiode. Ut fra denne laserstrålen fåes høyde informasjonen og et 3D bilde av overflaten kan bli konstruert. Kontakt modus fungerer ved at proben vil akkurat treffe overflaten til prøven slik blir høyde informasjonen funnet, men dette kan føre til at filmen blir ødelagt hvis proben har for høy kraft når den treffer prøven.

¹Engelsk: Cantilever

4 Eksperimentell oppsett

En beskrivelse av det eksperimentelle oppsettet samt, beskrivelse av laben der eksperimentelle ble utført og programvaren som styrte utførelsen samt en kort beskrivelse av teorien bak pulset laser deponering vil bli gjennomgått i dette kapitlet.

4.1 Virkemåte pulset laser deponering



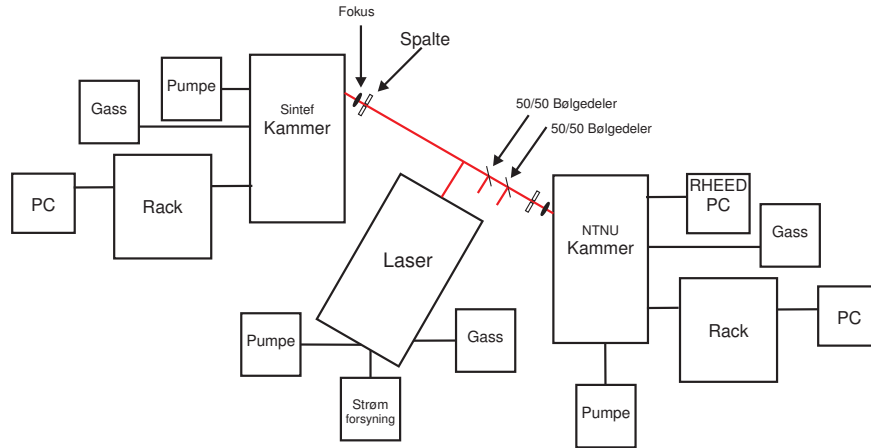
Figur 4.1: Oversikt over PLD kammer.

Figur 4.1 viser virkemåten til PLD, en kraftig pulset laserstråle(1) treffer target(2). Target er plassert på en targetholder(3) som kan ha 5 forskjellige target samtidig. Når laseren treffer materiale blir partikler av materialet slått løs og det vil bli dannet en sky av materiale(4) 90° ut fra target. Dette materiale vil legge seg på et substrat(5), som er varmet opp av en substratvarmer(6). Siden laseren er pulset er det lange perioder der ingen deponering foregår, under denne perioden vil atomene som har lagt seg på substratet omordnes og bygge opp tynnfilmen[1]. Hvordan denne oppbygningen foregår, er avhengig av proses parametrene.

Hvor mye materiale som legger seg på substratet, det vil si hvor mye tynnfilmen vokser per puls, er avhengig av lasereffekten og trykket i kammeret der deponering foregår.

4.2 Laben

Lab oppsettet er vist i figur 4.2, PLD laben består av laser, 2 vekstkammer, hyller (rack), turbopumper, støttepumper og styring til dette. Laseren og vekstkammerne blir styrt av PC-er, dette gjør at gjentakelse av eksperiment og nøyaktige eksperiment kan bli gjennomført.



Figur 4.2: Oppsett av lab

4.3 Laseren

Laseroppsettet består av, selve laseren, modell LPXPro 210 fra Lambda Physik, strømforsyningen, pumpe og gasstilkoblinger. Strømforsyningen er tilkoblet trefase med en inngangsspenning på 400V vekselstrøm og generer 32 kV til laseren [11]. Pumpen som er tilkoblet laseren skal klare å pumpe til et trykk på 30 mbar. Laseren har maksimum puls energi på 951 mJ og repetisjonsraten kan justeres mellom 1 og 100 Hz.

4.4 Vakuumkanmer

Vakuumkanmeret er konstruert av Twente Solid State Technology (TSST) og skal klare vakuu ned til 10^{-8} mbar. På laben er det 2 forskjellige kammere, et som Sintef bruker og et NTNU bruker, kammerene inneholder targetholder og substratholder med varmer.

Targetholderen kan holde opp til fem forskjellige targets. Under tynnfilmvekst kan da opp til fem forskjellige materialer bli grodd i den samme deponeringssesjonen. Targetene kan bli satt inn i kammeret gjennom innlastningskammeret, hele kammeret trengs derfor ikke å bli ventilert når targets skal bli skiftet ut eller polert. For å hindre at laseren treffer det samme sted hele tiden er targetholderen tilkoblet en stegmotor. PLD deponering er ikke uniform med hensyn på tykkelse, bevegelse av target vil føre til et uniform dekningsområde over et større område.

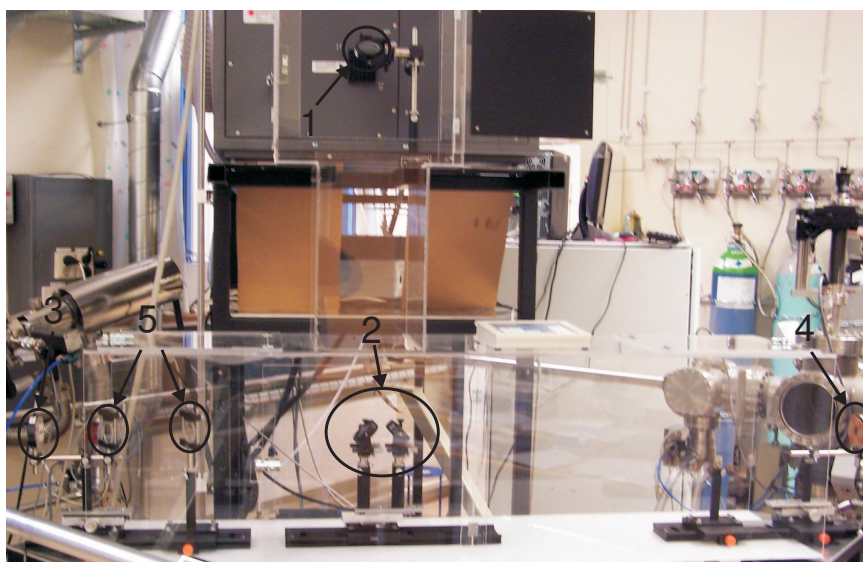
Substratvarmeren bruker en strålningsmetode for å varme opp substratholderen. Temperaturen som blir lest i PC programmet er temperaturen til substratvarmeren, substratet må derfor være godt koblet til substratholderen slik at avlest temperatur er mest mulig lik den temperaturen substratet har.

Stegmotorene som er montert i kammeret styrer targetholderen i x, y, z og asimutvinkel og substratholderens x, y, z, asimutvinkel og helningsvinkel. Dette gjør at brukeren har kontroll over plasseringen til substrat og targetholder slik at inn/utlastninger kan bli gjort uten store problemer.

Det er tilkoblet 2 typer pumper til kamrene, en backoppumpe som skal pumpe ned til et par mbar, så tar turbopumper over som kan pumpe ned til 10^{-8} mbar. Backoppumpene må brukes fordi turbopumpene ikke klarer å pumpe ned fra atmosfære trykk, turbopumpene er tilkoblet vannavkjøling.

Trykkmålere er montert i kammeret for overvåking av trykk. Det brukes to typer trykkmålere piranimanometer og baretron, piranimanometer måler trykket mellom atmosfære og $5 \cdot 10^{-4}$ mbar, baretron er veldig nøyaktig ved lave trykk (10^{-8} mbar). Baretron trykkmåleren kan bli ødelagt ved høye trykk og er derfor plassert i et eget kammer som vil bli avstengt fra hovedkammeret når trykket blir høyt.

4.5 Optikk



Figur 4.3: Optikk oppsett på PLD lab, fokuseringslinse med pappspalte for NTNU kammer(1), 50/50 bølgedelere(2), speil for valg av kammer(3), montering for blant annet effekt måler(4), fokuseringslinse med papp spalt for Sintef kammer(5) og speil for styring av laserstråle (6)

Figur 4.3 viser optikk oppsettet på PLD laben. Når laserstrålen forlater laseren må strålen bli ført inn i et av de to kammerene. Til dette brukes det 3 speil, et speil rett utenfor laseren(1) som styrer strålen ned på et av to speil (2), disse blir brukt for å velge hvilket kammer som laserstrålen skal inn i. Utenfor vinduene til kamrene er det fokuserings linser (3 og 4) for å redusere laserfotavtrykket.

Laseren kan være for kraftig til tynnfilm vekst selv ved minimums verdier, derfor kan det bli satt inn 2 halvbølgedelere (5) som reduserer effekten til laserstrålen med totalt 75%. Fluksen kan også bli forandret ved å justere på avstanden mellom fokuseringslinsen og targetholderen, dette vil medføre at laserfotavtrykket ved targetholderen blir større

og laserenergien blir fordelt over et større område. Justering av avstanden gjøres ved hjelp av holderen fokuseringslinsen er plassert på, denne kan justeres ± 60 mm.

4.6 Kommunikasjon moduler

Hvert kammer har en medfølgende hylle², der det er montert strømforsyninger, kontroll, kommunikasjons og en modul for RHEED, der strøm og spenning blir satt. Kommunikasjonsmodulene gjør det mulig å kontrollere stegmotorer i kammeret fra PC, andre kommunikasjonsenheter henter informasjon fra trykkløpere i kammeret og formidler dette til PC, all kommunikasjon mellom PC og hyllen foregår på RS-484 protokollen.

4.7 Gass systemet

I PLD laben er det tilkoblet 7 forskjellige gassflasker, det er oksygen (O_2), Nitrogen (Ni), Argon (Ar), Helium (He), Krypton (Kr), Neon (Ne) og Fluor (F_2), gassflasken med fluor er en blanding av 5% F_2 og 95% He. Til Sintef sitt kammer er det tilkoblet 3 gassflasker Argon, Nitrogen og Oksygen, til NTNUs sitt kammer er det tilkoblet 2 gassflasker Nitrogen og Oksygen. Til laseren er det tilkoblet 4 gasser, Neon (buffer), Krypton (rare), helium (inert) og Fluor.

F_2 er etsende og dødelig for mennesker, på PLD laben er gassflasken med F_2 satt inn i et eget skap med undertrykk slik at ved lekkasjer vil ikke gassen trenge inn i PLD laben, men blir ventilert ut.

Det er tilkoblet et alarmsystem som måler F_2 innholdet i luften. PLD laben og nærliggende rom skal bli evakuert hvis denne alarmen kimer. Laben er utstyrt med en gassmaske med F_2 filter for å øke sikkerheten, de andre gassene er ikke farlig for mennesker.

4.8 RHEED

Til NTNU kammeret er det tilkoblet RHEED elektron kilde og detektor slik at RHEED målinger kan bli foretatt under deponering, det er en egen PC som tar imot informasjon fra RHEED detektoren.

4.9 Måle apparat

4.9.1 Effektmåler

Effektmåleren er en FieldMaxII-TOP fra COHERENT, den er laget for å måle effekten, energien og kan også vise statistikk over målte verdier.

4.9.2 Temperaturmåler

Den eksterne temperatur måleren er en IR-CA, modell fra CHINO, dette er et strålingstermometer³. Strålingstermometeret måler mørkstråling⁴ fra et objektet, ut i fra hvor mye stråling som objektet avgir kan temperaturen bli beregnet.

²Engelsk: Rack

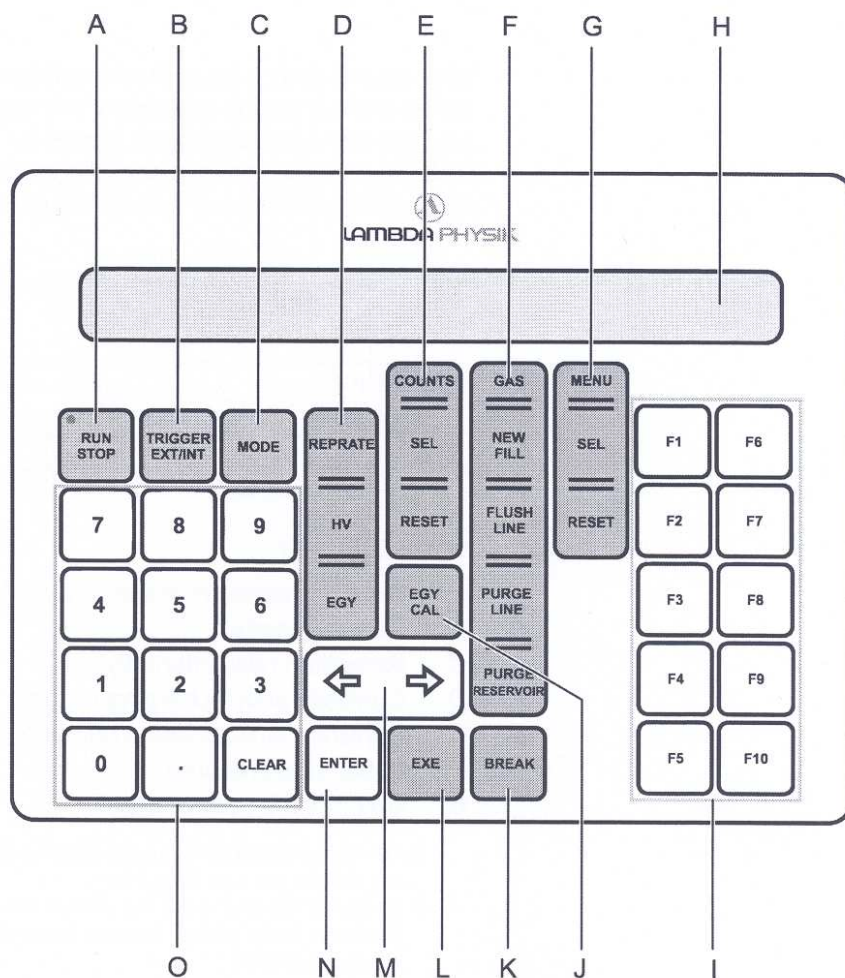
³Engelsk: Pyrometer

⁴Engelsk: Black body radiation

4.10 Bruk av PLD

4.10.1 Kontroll av laser operasjoner

Laseren kan bli kontrollert ved hjelp av det medfølgende dataprogrammet eller det medfølgende håndholdte tastaturet figur 4.4.



Figur 4.4: Håndholdt tastatur for styring av laser.

For å få en forklaring til tastauret se vedlegg A.

4.10.2 Start av laser

Laseren har høy effekt det er derfor viktig at vernebriller blir benyttet før laseren blir startet.



Figur 4.5: Baksiden av laser med nøkkel(1) og bryter(2) merket

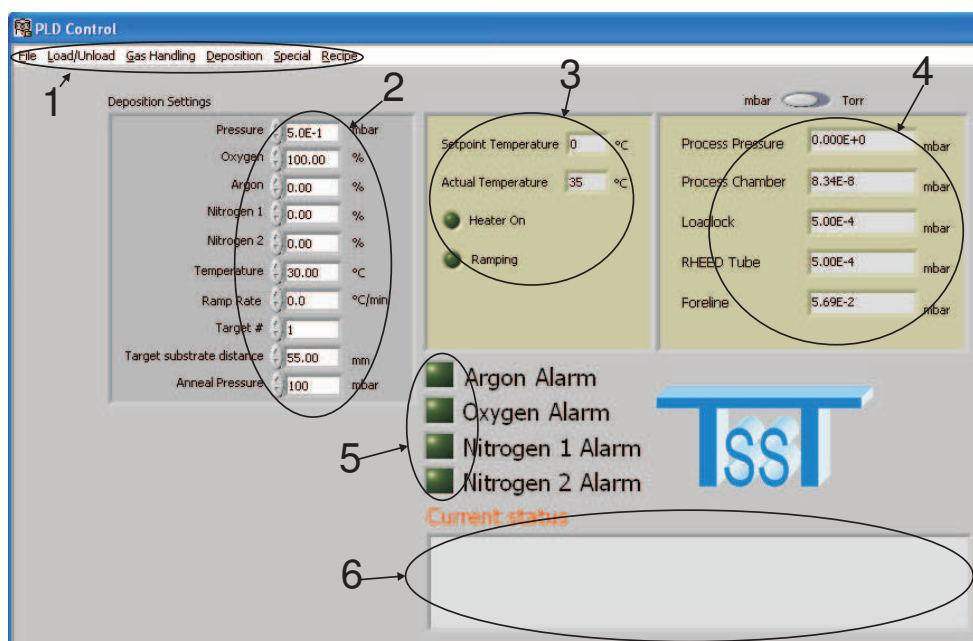
Figur 4.5 viser baksiden av laseren, for å starte laserne må først nøkkelen bli vridd om (1), denne er vanligvis på, etter 10s kan man vri om knappen (2) og laseren begynner en oppvarmingssekvens som tar 8 min.

Etter at laseren har blitt skrudd på må man sjekke gasstrykket før man i gangkjører laseren. Laser skal ha 80 mbar av 5% F₂ - 95% H, 150 mbar Kr og 3030 mbar Ne. Det betyr at trykket som laseren skal ha under bruk er ca 3260 mbar, trykket kan leses av på det medfølgende håndholdte tastaturet, laseren er nå klar for bruk. Under deponering brukes laseren vanligvis ved 2 Hz. Hvis laseren skal bli brukt med repetisjonsrate over 10 Hz er det viktig å sjekke at vannet er skrudd på og at vannventilen er åpen før laseren blir slått på.

4.11 Kontroll av deponering

For å få bra tynnfilmer er nøyaktig kontroll over deponerings parametere viktig, i laben forgår all kontroll av deponeringen ved hjelp av det medfølgende PC program.

4.11.1 Menyer



Figur 4.6: Hovedvinduet

Hovedvinduet (figur 4.6) kommer ved oppstart av det medfølgende PC programmet PLDControl.exe. I menyene (1) kontrollen av kammeret. Parametrene til kammeret som trykk, temperatur, temperatur steg, % gass, target nummer og target til substrat distansen kan bli satt (2), mens parametrene som kan bli avlest er substratvarmer temperatur (3) og trykket (4).

Feil ved gasstilførselen, en gassflaske er tom eller en gassventil lukket, vises ved fire indikatorer (5). Gjeldende status⁵ (6) blir vist i hovedvinduet, feilmeldinger vil bli vist i eget tekstvindu under gjeldende status vindu. For å se en komplett oversikt over alle menyer i programvaren se vedlegg C.

4.11.2 Oppstart

Under oppstart vil programmet spørre brukeren om asimutvinkelen til targetholderen er riktige, brukeren må så bekrefte dette ved å se inn i kammeret at targetholderen har riktig vinkel og bekrefte dette i programmet, er plasseringen feil må brukeren justere vinkelen ved hjelp av valg på hovedvinduet.

Etter at helningsvinkelen er blitt bekreftet vil x, y og z posisjonene bli funnet automatisk, disse blir funnet ved at programmet beveger targetholderens trinnmotorer

⁵Engelsk: Current Status

helt til programmet merker at grensebrytere, som er plassert ved maksimum utslag, blir aktivert, det er ikke plassert noen grensebrytere på helningsvinkelen derfor må denne bli satt manuelt. Programmet vet da hvor targetholderen er og den kan settes i oppstart posisjonen.

Programmet gjør det samme med substratholderen for å finne startposisjonen til denne, her vil også hellingsvinkelen til substratvarmen bli spurt om, siden det ikke er noen grensebrytere på helningsvinkel stegmotoren. Å sjekke helling og asimutvinkel til substratvarmeren er viktig da feil vinkler kan føre til alvorlige feil i systemet.

Når PLDCONTROL.exe startes blir oppstart sekvenser kjørt der programmet sjekker kammeret og kommunikasjon med maskinvaren. Hvis en sekvens feiler vil det bli vist en feilbeskjed på skjermen og programmet vil bli avsluttet, for en oversikt over feilmeldinger se side 12 i manualen til PLD kammeret [12].

5 Praktisk arbeid

Det praktiske som ble gjennomført for å klargjøre kammeret til første deponering, hva som må bli gjort før hver deponering og selve deponeringen vil bli gjort.

Parameter bestemmelse i Sintef kammeret med SrRuO₃ (SRO) på STO substrat gjennomført, 5 prøver ble grodd ved forskjellige temperaturer, i NTNU kammeret ble vekstparametere til BTO bestemt.

5.1 Før første deponering

Klargjøring av laben før første deponering er viktig slik at laben har en lang levetid og utstyr ikke går i stykker på grunn av for eksempel mangel på kjøling.

5.1.1 Kamrene

Kamrene måtte bli tilkoblet gass og vann, vann brukes til avkjøling for pumpene og gass for eksperiment, kamrene måtte også bli oksidert. Oksidasjon foregikk over flere dager ved at kamrene ble varmet opp til 850 °C med et oksygentrykk på 0,1 mbar, og ble holdt ved denne temperaturen hele dagen, dette måtte også gjøres med substratholderne. Oppvarmingen av kammeret ble gjort for å fjerne forurensninger i kammeret før det ble brukt.

5.1.2 Optikk

Optikken måtte bli justert slik at laserstrålen kom inn i kammeret og at fokuseringen ble riktig med hensyn på at et minst mulig laserfotavtrykk på targetholderen. Dette ble gjort ved hjelp av gammelt faks papir som er sensitivt for 248 nm lys slik at fotavtrykket til laseren kunne bli undersøkt.

5.2 Før hver deponering

Targets som skal brukes under deponering må bli rengjort, montert på targetholderen og lastet inn i kammeret, helst skal targets bli polert mellom hver deponering. Substrat må bli rengjort, montert på substrat holderen og innlastet i kammeret.

5.2.1 Tynnfilmvekst steg for steg

Rengjøring av substratet blir utført på følgende metode, substratet blir lagt i en glasskål med acetone, glasskålen blir plassert i et ultralyd bad i 5 min, tatt over i en ny glasskål som inneholdt rektifisert etanol og nye 5 min i ultralyd bad. Etanol rester på substratet må bli fjernet ved hjelp av nitrogengass.

Etter at substratet er rengjort må det bli montert på en substratholder. Det er viktig å få god kontakt mellom substrat og substratholderen, siden substratvarmen bruker en bestrålings metode til å varme opp substratet. Hvis det er god kontakt vil substratet få en temperatur som er veldig lik temperaturen til substratholderen, sølvpastaen som brukes er Silver Paste PLUS 30 gm fra SPI SUPPLIES.

Etter at substratet er festet på substratholderen må den varmes opp til 200°C på en varmplate og holdes ved denne temperaturen i 30 min. Ved oppvarming vil

alle luftbobler fjernes, dette vil bedre limingen mellom substratet og substratholderen. Avfallsgasser vil bli avsatt slik at gassene ikke bli avgitt i kammeret og forurenses dette.

Innføringen av substratholderen til vakuumkanmeret gjøres ved å velge Load Sample i data programmet, programmet vil nå klargjøre systemet, for mer detaljer om Load Sample se vedlegg C.

Oksygentrykk velges i hovedvinduet og pumpes inn ved hjelp av menyen Gas Handeling i hovedvinduet. Oksygen tilførselen blir åpnet før temperaturen blir slått på, slik at substratet blir varmet opp under et høyt oksygen trykk, dette gjøres for å hindre oksygenmangel i substratet.

Etter at oksygen tilførselen har stabilisert seg kan substratvarmeren bli slått på. Temperaturen blir valgt i hovedvinduet og blir slått på under menyen "Deposition" i hovedvinduet. For at temperaturen skal stabilisere seg ved den valgte sett punkt temperaturen burde det ventes 45 min.

Etter at temperaturen har stabilisert seg kan pre-ablation kjøres. Pre-ablation gjøres for å fjerne forurensning av overflaten til targets. Når Prepare for Pre-ablation velges under menyen Deposition i hovedvinduet startet target skanning og shutteren blir lukket. Pre-ablation er slått på i 10 minutter med laseren på 5 Hz.

Shutteren må åpnes før deponering, dette fører til at temperaturen vil synke, må derfor vente til temperaturen stabiliserer seg igjen før deponering kan begynne. Deponering velges under menyen Deposition i hovedvinduet dette vil starte target skanning.

Når deponering er ferdig er det første som blir gjort å slå av substratvarmen, temperatursteg på 20 °C/min brukes. Oksygen trykket må ikke reduseres før substratet har kjølt seg ned til i hvert fall 150°C, dette gjøres for å hindre oksygen mangel i tynnfilmene. Kommandoen Unload Sample i programmet nedpumper kammeret og klargjør kammeret for uttaking av substratholder.

Under fjerning av substratet fra substratholderen må man være forsiktig slik at tynnfilmene ikke blir ødelagt, lim på tynnfilmene fjernes ved hjelp av en skalpell for å få en flat bakside.

5.3 Vekstparameter bestemmelse

For å få resultater som er reproducerbare og sammenlignbare med andre PLD grupper er det viktig at vekstparametrene blir målt nøyaktig. Temperatur blir både målt ved hjelp av en ekstern temperaturmåler (kapittel 4.9.2) og en intern temperaturmåler. Forskjellen mellom temperaturen målt av den eksterne og den interne er stor, fordi den interne temperaturmåleren måler temperaturen til substratholderen mens eksterne måler temperaturen til substrat overflaten og overflaten vil ha større varme tap enn selve substratholderen.

Temperatur forskjellen mellom den interne og eksterne temperaturmålingene er forskjellig mellom de to kammerene. Dette er på grunn av utformingen til substratholderne er forskjellige mellom de to kammerene, dette gjør at NTNU holderen vil få større varme tap. Utformingen er forskjellig fordi at i NTNU kammeret skal det være mulig å utføre RHEED målinger. Oksygentrykket blir målt av trykkmålere i kammerene.

Lasereffekten blir målt av et wattmeter (kapittel 4.9.1), måleren blir plassert etter det andre speilet og før halvbølgedelerende og pappspalten. Effekten som blir målt brukes som en sammenligning med foregående eksperiment, slik at reproducerbarheten er god, men sier ikke noe om hvor mye effekten er i kammeret ved deponering. Hvis

effekten som er i kammeret trengs kan den bli målt ved et vindu på andre siden av kammeret. Målingen er blitt gjort slik at det er kjent hvor mye effekt som forsvinner ved vinduene. Effekten som forsvinner ved vinduene vil øke fordi det vil bli deponert materiale på vinduene.

For å finne vekstparametrene til forskjellige materialer ble det gjennomført eksperiment der vekstparametere ble forandret mens de andre ble holdt like, dette ble gjort for å finne ut hvordan den parameteren påvirket tynnfilmene.

Tabellene i kapittel 5.5.1 viser en oversikt over planlagt BTO tynnfilm vekst i NTNU kammeret, først skulle laserenergien og temperaturen bli funnet, da disse var funnet ble det oksygentrykket som ga best tynnfilmer funnet.

For å finne vekstparametere ble laserenergien forandret mens temperaturen ble holdt likt. Laser effekten har innvirkning på hvor mye materiale som blir slått løs, tykkelsen på materialet øker når lasereffekten øker. Ved BTO vekst ble det brukte to 50/50 bølgeledere for å redusere lasereffekten nok, til den tredje prøven ble også fokuseringslinsen endret 2 cm for å øke laserfotavtrykket.

5.4 Substrat

Alle filmene ble deponert på SrTiO_3 substrat.



Figur 5.1: AFM bilde av et STO substrat

Figur 5.1 viser et AFM bilde av et substrat som er blit etset. Dette substratet har fine terrasse strukturer og er et bra substrat å deponere på.

5.5 Parameter under vekst

Parametere som ble brukt og lest av under vekst er satt opp i tabeller i dette kapitlet.

5.5.1 BaTiO₃ vekst i NTNU kammer

Serie	Prøve nummer	Dato	Material		
			Substrat type	Target type	Tar-sub mm
1	P060501	10.05.2006	STO	BTO	55
1	P060502	15.05.2006	STO	BTO	55
1	P060503	15.05.2006	STO	BTO	55
1	P060504	16.05.2006	STO	BTO	55
2	P060505	18.05.2006	STO	BTO	55
2	P060506	22.05.2006	STO	BTO	55
2 ⁶	P060507	23.05.2006	STO	BTO	55
2 ⁶	P060508	25.05.2006	STO	BTO	55

Tabell 5.1: Substrat og target informasjon under vekst i NTNU kammer.

Prøve nr	Heater				Gas			
	V	A	Setpoint °C	Pyro °C	% O ₂	% Ar	Trykk Dep	Trykk ⁷ Bakgrunn
P060501	12,8	19,9	800	658/658	100	0	0,2	9,91E-07
P060502	12,0	18,5	750	653/652	100	0	0,1	2,94E-08
P060503	11,9	18,0	750	646/646	100	0	0,1	1,67E-07
P060504	13,9	20,2	850	694/694	100	0	0,1	7,62E-08
P060505	14,4	21,0	850	730/732	100	0	0,1	2,61E-08
P060506	14,8	21,2	850	727/727	100	0	0,025	5,72E-08
P060507	14,7	21,0	850	740/740	100	0	5E-03	
P060508	15,8	21,8	850	730	100	0	1E-03	

Tabell 5.2: Substratvarmer og gass parametere under vekst i NTNU kammer.

Prøve nr	Laser							Kommentarer
	Hz	kV	Trykk mbar	Effekt mJ	Tid W	Modus min		
P060501	2	18,4	3328	424	0,730	20	HV	
P060502	2	19,3	3290	420	0,730	20	HV	Fokus +5 / et 1/2 speil
P060503	2	19,3	3305	420	0,731	20	HV	Fokus +25 / et 1/2 speil
P060504	2	19,6	3292	422	0,732	20	HV	Fokus +5 / et 1/2 speil
P060505	2	20,2	3304	420	0,729	20	HV	Fokus +5 / to 1/2 speil
P060506	2	22,2	3296	400	0,731	20	HV	Fokus +5 / to 1/2 speil
P060507	2	17,5	3313	440	0,728	20	HV	Fokus +5 / to 1/2 speil
P060508	2	17,5	3284	440	0,723	20	HV	Fokus +5 / to 1/2 speil

Tabell 5.3: Oversikt over laserparametere under vekst brukt i NTNU kammer.

⁶Filmer grodd av Ryota Takahashi

5.5.2 SrRuO₃ vekst i Sintef kammer

Serie	Dato	Prøve nr	Material		
			Substrat type	Target type	Tar-sub mm
1	S060301	mar.06	STO	BTO	55
1	S060401	04.04.2006	STO	SRO	55
1	S060402	07.04.2006	STO	SRO	55
2	S060403	11.04.2006	STO	SRO	55
2	S060404	20.04.2006	STO	SRO	55
2	S060405	21.04.2006	STO	SRO	55
2	S060406	21.04.2006	STO	SRO	55
2	S060407	24.04.2006	STO	SRO	55

Tabell 5.4: Oversikt over substrat og target brukt under vekst i Sintef kammeret.

Prøve nr	Substratvarmer				Gass			
	V	A	Settpunkt °C	Pyro °C	% O ₂	% Ar	Trykk Dep	Trykk ⁷ bakgrunn
S060301			700	690/	100	0	0,1	
S060401	10,3	16,1	650	594/	100	0	0,1	1,10E-07
S060402	11,5	17,2	700	/679	100	0	0,1	1,00E-07
S060403	11,8	17,6	700	630/682	100	0	0,1	1,85E-08
S060404	9,1	16,0	600	546/598	100	0	0,1	8,50E-08
S060405	10,0	16,5	650	575/637	100	0	0,1	2,20E-08
S060406	12,8	20,9	750	689/746	100	0	0,1	5,50E-08
S060407	14,1	22,1	800	740/803	100	0	0,1	1,07E-07

Tabell 5.5: Gass og substratvarmer parameter fra vekst i Sintef kammer vekstparametere.

Prøve nr	Laser						
	Hz	kV	Trykk mbar		Effekt W	Tid min	Modus
S060301	5	17	3300	192	0,670	20	HV
S060401	2	17	3225	108	0,177	20	HV
S060402	2	20,7	3220	180	0,266	20	HV
S060403	2	17,2	3336	428	0,541	20	HV
S060404	2	17,4	3307	436	0,546	20	HV
S060405	2	17,4	3307	436	0,542	20	HV
S060406	2	17,3	3328	424	0,539	20	HV
S060407	2	17,4	3315	428	0,540	20	HV

Tabell 5.6: Laser parametere bruk under vekst i Sintef kammer.

⁷Trykk i kammeret før oksygen bli innpumpet

5.6 Karakterisering

For å finne ut hvilke parametere som gir bra tynnfilmer, ble prøvene karakterisert etter vekst, karakteriseringen foregikk ved hjelp av AFM og XRD.

5.6.1 AFM

AFM ble gjort ved 4 forskjellige skannareal $10 \cdot 10$, $5 \cdot 5$, $2 \cdot 2$ og $1 \cdot 1 \mu\text{m}^2$. Ved hjelp av disse bildene ble steg størrelsen beregnet og kvalitet på overflaten ble vurdert. AFM ble utført ved hjelp av Nanoscope III modell NS-3 fra Digital Instrument. Teorien til AFM blir diskutert i kapittel 3.2.

5.6.2 XRD

XRD ble gjort med 2 forskjellige oppsett, $\theta/2\theta$ skann også kalt unlocked couple (UC) og θ skann (rocking curve RC).

Et UC ble gjort mellom $0,3$ til 6° , ut i fra disse dataene kan man beregne antall atomlag (N) og jevnheten overflaten til tynnfilmen har. For å se på 001 refleksjonene til substrat og tynnfilmen ble UC mellom 18 og 25° foretatt, ved hjelp av disse dataene kan avstanden mellom atomlagene (C) og antallet atomlag (N) til filmen bli beregnet. $\theta/2\theta$ skann mellom 40 og 48° ble utført for å se på 002 refleksjonen, beregne N og C. Gjennomsnittlig verdi fra de 3 UC skann blir laget slik at nøyaktige parametere ble funnet.

θ skann blir gjort for å se på SRO, BTO og STO filmtoppene og beregne full bredde halv maksimum (FWHM) til SRO og BTO. FWHM verdien beskriver kvaliteten på tynnfilmen, hvordan dette fungerer blir diskutert i kapittel 3.1.1. Teorien til XRD bli diskutert i kapittel 3.1

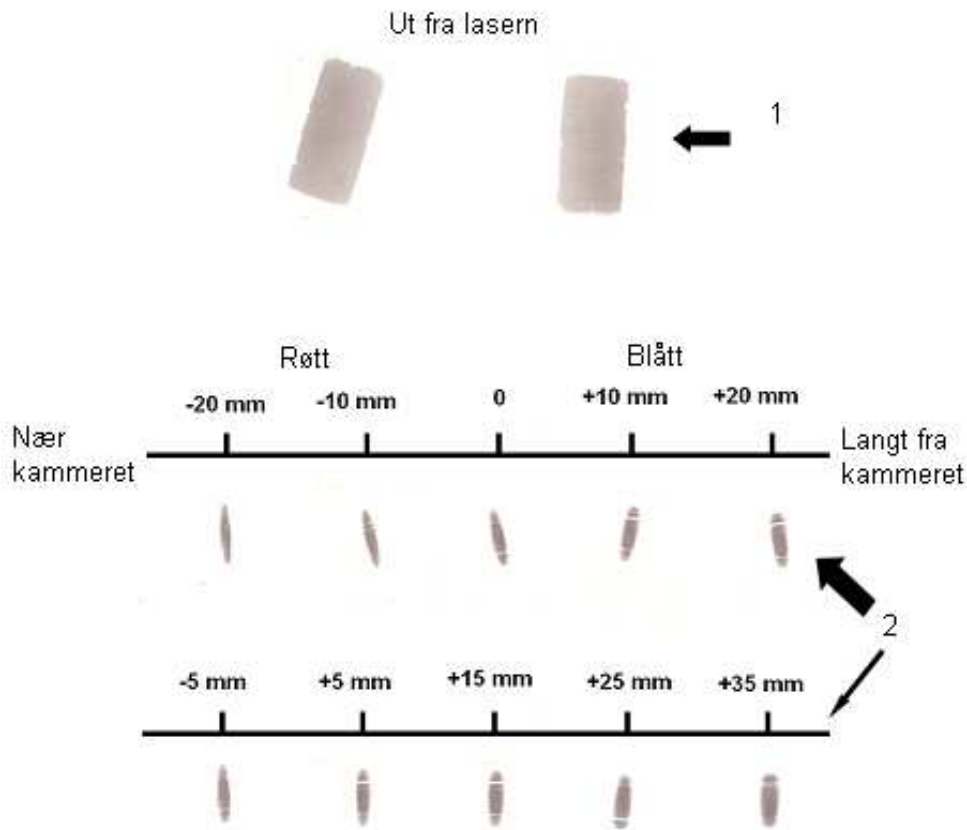
Matlab For å bestemme avstanden mellom atomlag, antall atomlag og kvaliteten til de grodde prøvene ble det brukt et matlab skript, vedlegg E viser skriptet. Skriptet sammenligner diagrammet fra XRD skannet med det perfekte teoretiske diagrammet, ved å forandre parametrene i matlab blir det teoretiske diagrammet gjort mest mulig lik XRD skannet, parametrene som kan bli forandret er C (avstanden mellom atomlagene), N (antall atom lag) og 2 offset verdier, ved hjelp av N og C finnes tykkelsen på prøven.

Ut i fra dataene fra $0,3$ til 6° UC skannet kan man finne en parameter som sier hvor ujevn overflaten er, ved å se på hvor rask intensiteten til skannet blir redusert. Tykkelsen kan også bli bestemt ut fra $0,3$ til 6° skannet og vi har 3 forskjellige tykkelser som kan bli sammenlignet for en mest mulig riktig verdi. Matlab skriptet er laget av Espen Eberg og har blitt modifisert av forfatter slik at også data fra $0,3$ til 6° UC skann kan bli behandlet.

6 Resultater

Resultater fra tyntfilmvekst og klargjøringen av PLD laben vil bli presentert i dette kapittelet.

6.1 Laser fotavtrykk



Figur 6.1: Fotavtrykk til laseren ved forskjellige fokuserings lengder

Figur 6.1 viser laserfotavtrykket ut av laseren(1) og etter fokuseringslinsen(2). Etter at papiret ble lastet inn ble fokuseringslengden forandret, avstanden ble forandret med hjelp av den justerbare linse holderen. Da papiret ble tatt ut igjen kunne den beste fokuseringslengden ble funnet ved å se på det minste fotavtrykket. Laserfotavtrykket ble redusert fra $2,2 \cdot 1,6 \text{ cm}^2$ når strålen kommer ut fra laseren ned til $0,5 \cdot 0,15 \text{ cm}^2$ når laseren treffer target holderen. Resultat fra denne undersøkelsen var at +5 mm var det optimale fokuspunktet.

6.2 Lasereffekt

Størrelsen på laserstrålen ved targetholderen var $0,075 \text{ cm}^2$, med en effekt på $0,254 \text{ W}$ i kammeret gir det $3,387 \text{ W/cm}^2$ ved 2 Hz.

Effektmåleren som var plassert etter speil viste at laserstrålen hadde en effekt på 0,728 W. En pappspalte ble satt på fokuseringslinsen for å samle strålen viste effektmåleren, som var plassert etter pappspalten, 0,254 W. Effekten på andre siden av kammeret, gjennom 2 vinduer, ble målt til 0,190 W det vil si at det forsvant 0,064 W ved de to vinduene, 0,032 W ved hvert vindu, effekten inne i kammeret er da 0,222 W. Når det ble satt på en stråledeler som reflekterer bort 50% viste effektmåleren 0,128 W etter pappspalten. Alle disse målingene er fra NTNU kammeret, men effekt tapet er antatt til å være det samme ved Sintef kammeret.

6.3 Substratholder temperatur

Substrat temperaturen er en viktig vekstparameter, temperaturen ble først målt når den hadde stabilisert seg. Det ble oppdaget at temperaturen var forskjellig mellom den interne temperaturmåleren og det eksterne strålningstermometret. I NTNU kammeret er det gjennomsnittlig forskjell på 120°C, ved en sett punkt temperatur på 800°C. På Sintef kammeret er det en forskjell på 60°C ved 800°C.

Avhengig av hvilket materiale som bli deponert vil temperaturen være forskjellig før og etter deponering. SRO hadde en forskjell i temperaturen på 50°C, mens BTO hadde den samme temperaturen før og etter deponering.

6.4 Vekst av SrRuO₃

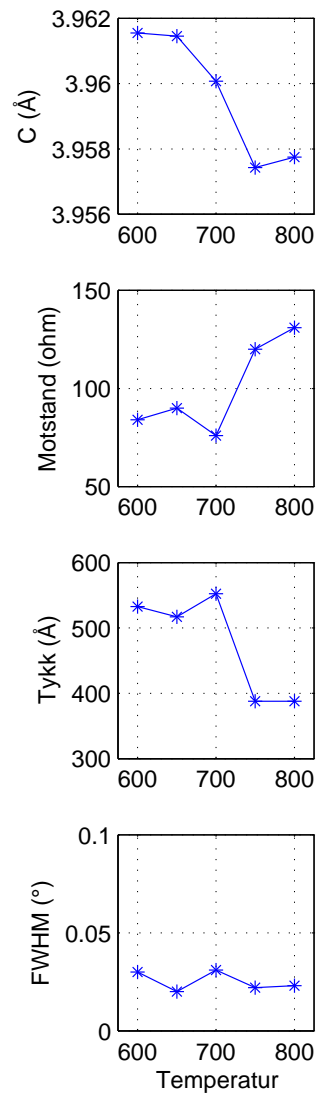
Alle tynnfilmene av SRO ble grodd i terrassestruktur med noe øy vekst. SRO tynnfilmene som var grodd ved 700 °C hadde jevnest terrasser med minst øyer av filmene som ble grodd ved 600 til 800 °C.

Prøve nummer		C		(001)	(002)	Kant	Gjennomsnitt	Steg		FWHM
	°C	Å	Ω	Å	Å	Å	Å	nm	Å/min	°
S060401	650	3,960	425							
S060402	700	3,959	290							
S060404	600	3,961	84	530,8	534,7	557,1	540,9	0,367	27,04	0,030
S060405	650	3,961	90	519,0	514,9	514,8	516,3	0,340	25,81	0,020
S060403	700	3,960	76	550,4	554,4	566,3	557,0	0,356	27,85	0,031
S060406	750	3,957	120	391,9	383,7	383,7	386,5	0,425	19,32	0,022
S060407	800	3,957	131	391,8	383,7	391,6	389,1	0,358	19,45	0,023

Tabell 6.1: Resultatene til SRO filmene grodd i Sintef kammer.

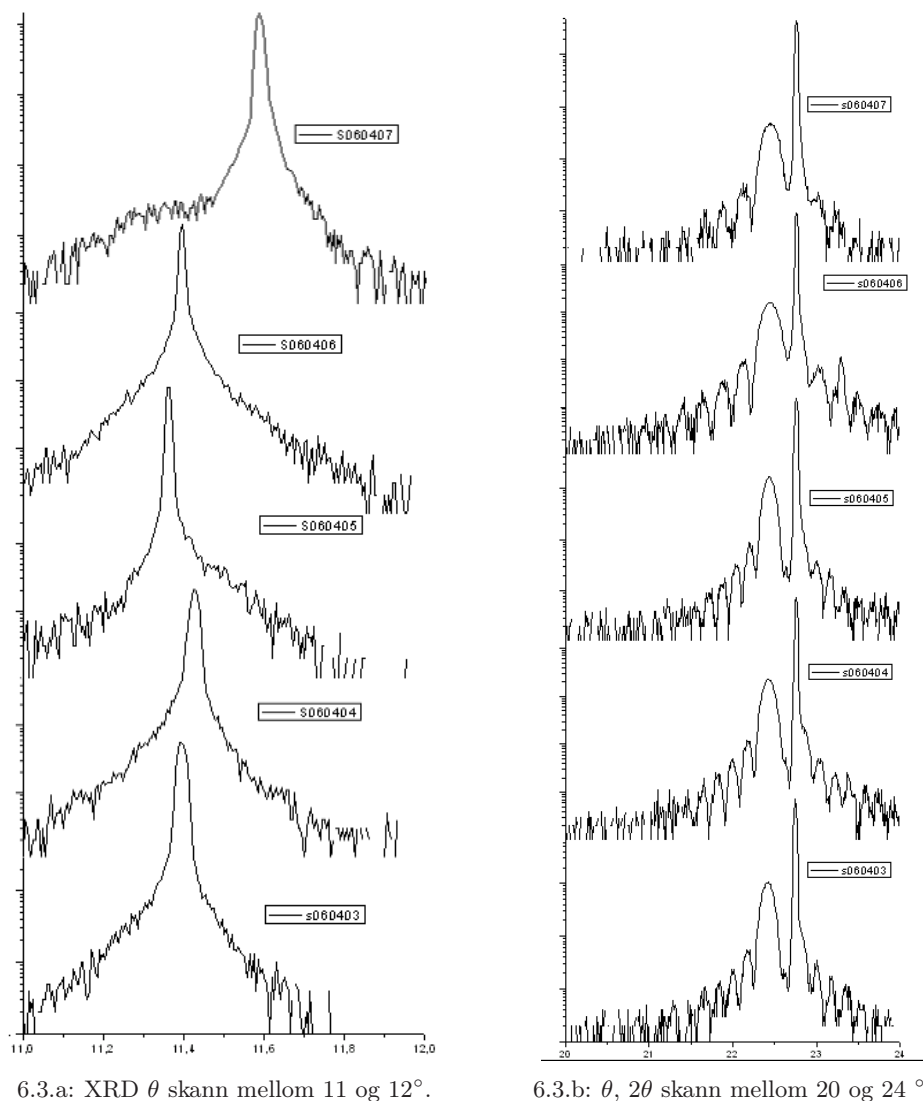
Tabell 6.1 viser oversikt over alle resultatene som ble funnet av de forskjellige tynnfilmene og de parametrene som ble forandret mellom hver deponering. 7 filmer er grodd i Sintef sitt kammer, filmene S060401 og S060402 er begge test filmer som ikke hadde noe med parameter bestemmelsene.

Resistansen ble målt over 2 mm ved hjelp av et multimeter, filmen grodd ved 700°C hadde den minste verdien på 76 Ω, maksimum verdien hadde filmen grodd ved 800°C. FWHM forandres lite over hele temperatur spekteret.



Figur 6.2: Oversikt over SRO parametere med hensyn på deponeringstemperaturen.

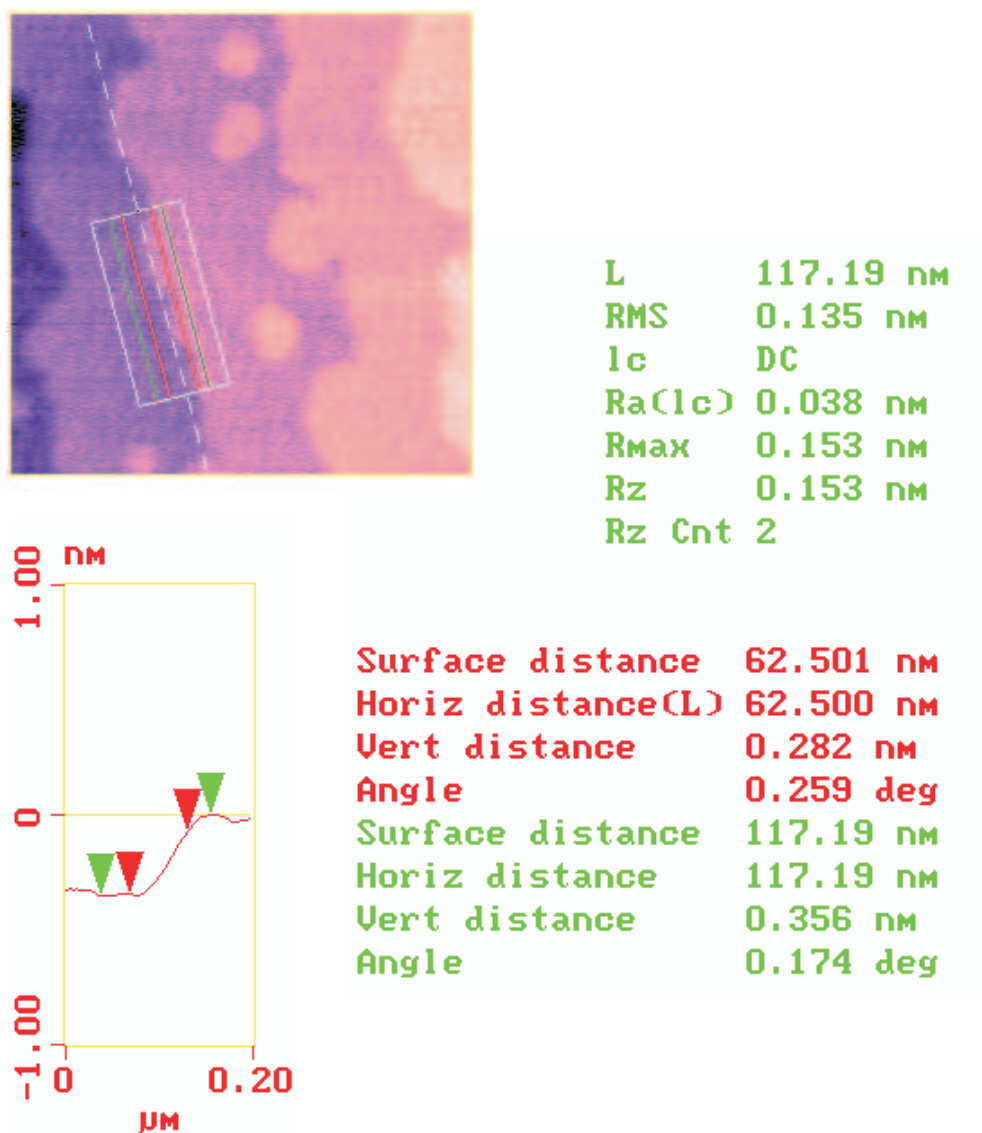
Figur 6.2 viser parametrene til SRO tynnfilmer avhengige av temperaturen. Ut ifra figuren er det mulig å se at avstanden mellom atomlagene (c) vil bli redusert når temperaturen øker. Tykkelsen og motstanden i filmene er motsatt avhengig av hverandre, når tykkelsen minker med økende temperatur viser figuren at motstanden øker. Tykkelse forandrer seg 30% mellom maksimum og minimum verdi samtidig som resistansens forandrer seg 70%.



Figur 6.3: XRD skann av SRO tynnfilmer.

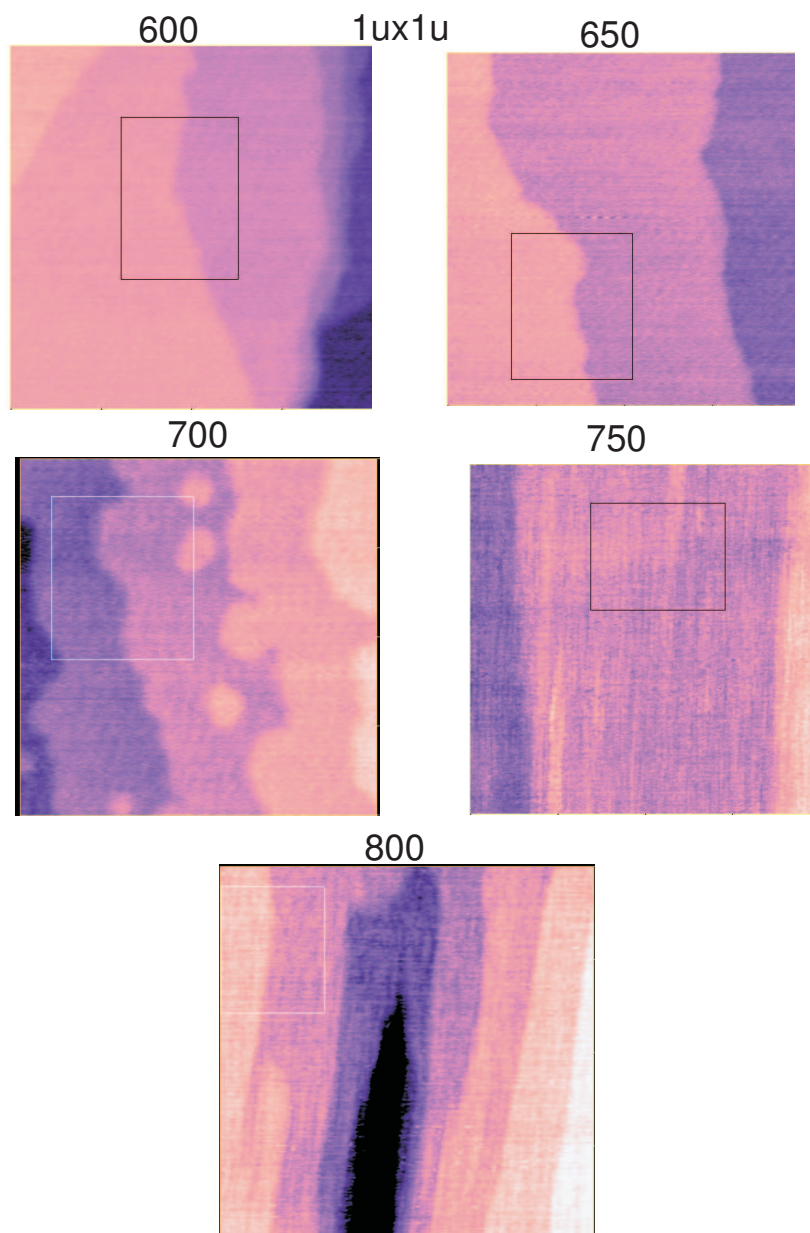
Ser ut i fra tabell 6.1 og figur 6.3.a at alle SRO filmene har en tynn full bredde halvt maksimum (FWHM) verdi. Minimum ble observert ved filmen grodd ved 650°C på 0,02° og maksimum ved filmen grodd ved 700°C på 0,031°.

Figur 6.3.b viser θ , 2θ skann av SRO tynnfilmene, det er lite forskjell i skannet mellom de forskjellige temperaturene.



Figur 6.4: AFM 1 · 1 μm steg analyse av prøve nr S060403

Figur 6.4 viser AFM bilde av SRO grodd på STO ved 700°C. Steg størrelsen er på 0,356 nm. AFM bildet viser en lav ujevnheter på filmen med en RMS på 0,135. Bildet viser en terrassestruktur med noen få øyer.



Figur 6.5: AFM $1 \cdot 1 \mu\text{m}$

AFM bilder med størrelse $1 \cdot 1 \mu\text{m}$ av filmer grodd ved 600, 650, 750 og 800°C vises i figur 6.5. Bildet av filmen grodd ved 600°C viser en ujevn terrasse struktur med veldig stor forskjell i terrasse bredder. Filmene grodd ved 650°C viser tydelige terrasser og en jevn overflate. Ved 700°C viser AFM bildet fine terrassene, men med noe øy vekst. Filmene ved 750 og 800 viser terrasse struktur men disse er utydelige.

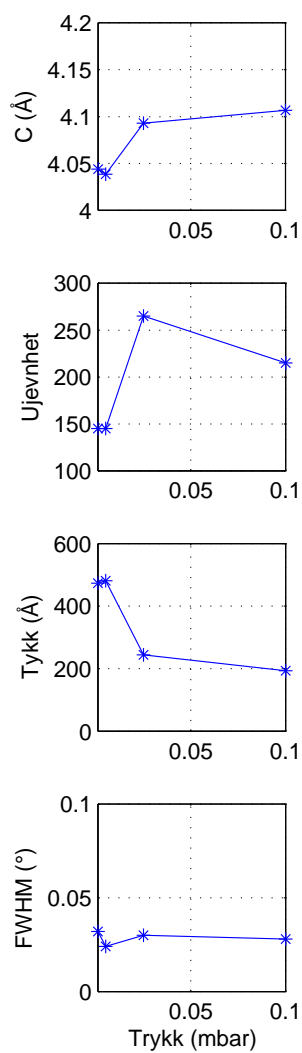
6.5 Vekst av BaTiO₃

BTO tyntfilmene som ble grodd hadde en ujevn overflate som ble observert ved hjelp av AFM. For å få en jevnere overflate ble trykket redusert, redusering av trykket fra 0,1 mbar til 0,025 mbar førte ikke til noen forbedring. Da trykket ble ytterligere redusert til $5 \cdot 10^{-3}$ mbar ble overflaten jevnere.

Prøve nummer	Trykk mbar	Laser effekt W	C Å	(001) Å	(002) Å	Kant Å	Gjennom -snitt Å	Vekst rate Å/min	FWHM °
P060501	0,2	0,73	4,004	1301	1301	1301	1301	65	0,022
P060502	0,1	0,365	4,045	728	728	720	725	36	0,024
P060503	0,1	0,365	4,049	688	688	687	688	34	0,026
P060504	0,1	0,365	4,043	708	708	729	715	35	0,024
P060505	0,1	0,183	4,106	188	188	201	193	9	0,028
P060506	0,025	0,183	4,093	241	241	249	244	12	0,030
P060507	0,005	0,183	4,039	480	480	481	480	24	0,024
P060508	0,001	0,183	4,044	473	473	473	473	23	0,032

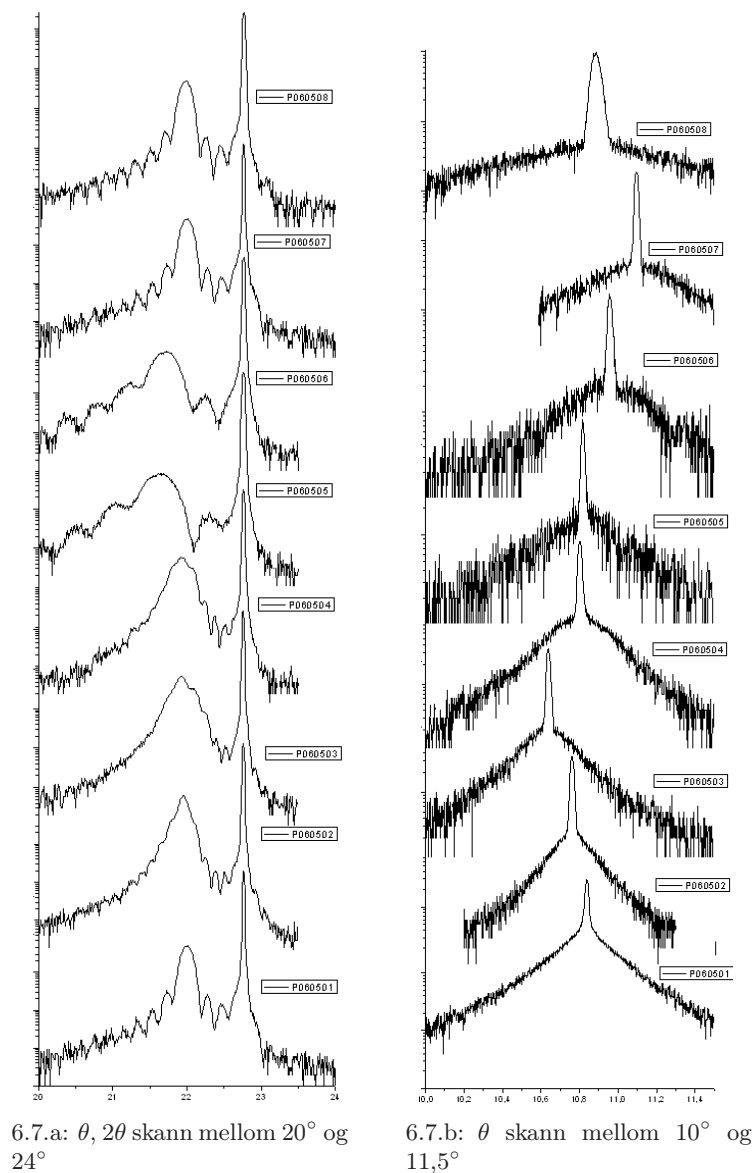
Tabell 6.2: Resultatene til BTO filmene grodd i NTNU kammer på STO substrat.

De første filmene ble grodd mens lasereffekten ble redusert ved å sette inn 2 bølgedelere. Når effekt serien var over og lasereffekten var funnet, ble oksygentrykket redusert for å gjøre overflaten jevnere.



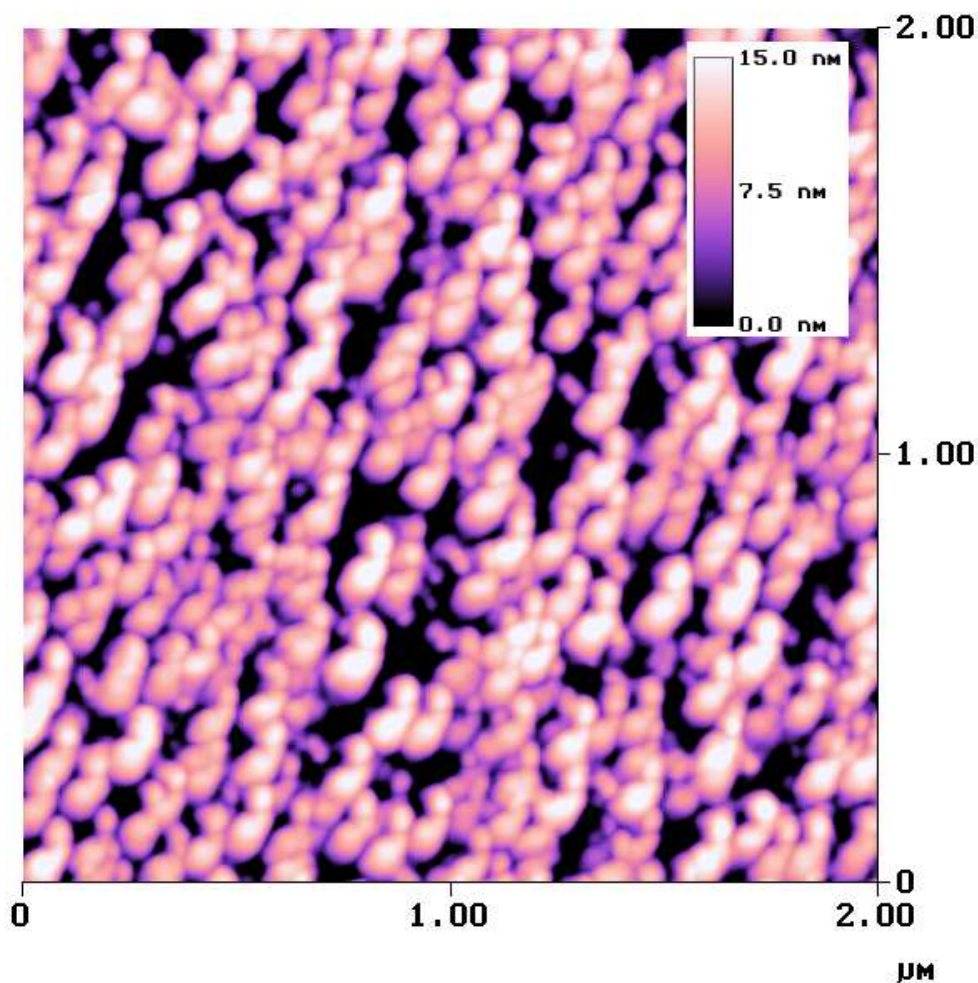
Figur 6.6: Grafer over BTO vekstresultater

Figur 6.6 viser grafer over resultatene av BTO tynnfilmene i forhold til oksygen trykket. Analyse av grafene viser at når trykket blir redusert blir overflaten jevnere, c avstanden mellom atomlag blir redusert og tykkelsen av prøven øker ved redusering av trykket, FWHM er liten for alle filmene.



Figur 6.7: XRD skann av BTO tynnfiler

Figur 6.7 viser XRD skann foretatt av BTO prøvene, prøvene er plassert i stigende orden. Fra XRD målinger (figur 6.7.a) ser man at når prøvene blir tynne, P060505 og P060506, vil BTO toppen bli bred. θ skann ble foretatt mellom 10 og $11,5^\circ$ (figur 6.7.b), dette ble gjort for å se på full maksimum halv bredde verdien, P060508 filmen hadde den største FWHM verdien på $0,032^\circ$.



Figur 6.8: AFM bilde over BTO grodd ved 0,025 mbar.

AFM bilde i figur 6.8 viser et AFM bilde av BTO grodd ved et oksygentrykk på 0,025mbar, ut av figuren sees at overflaten er veldig ru, dette ble bedret med å redusere trykket ned til 0,001 mbar.

7 Diskusjon

Pulset laser deponering laben kan bli en viktig for å få kunnskap om komplekse oksider.

Størrelsen på laserfotavtrykket ble funnet for å få mest mulig effekt per areal på target. Det avtrykket som ble valgt var mest uniform for en jevnest mulig deponering. Fokuslengden kunne bli forandret slik at effekten per areal ble større ved target, dette ble gjort under en deponering uten at noen forskjell ble observert. Lasereffekten i kammeret er viktig for å sammenligne egne resultater med resultater fra andre forsker grupper. Det er viktig å måle effekten i kammeret regelmessig siden materiale vil bli deponert på innsiden av vinduene og mer lasereffekt vil bli absorbert. På grunn av denne absorberingen kan lasereffekt parameteren fra andre PLD grupper være feil, da de ikke har tatt hensyn til dette.

Temperaturforskjellen mellom kammerene har sin bakgrunn i utformingen til substratholderen som brukes i NTNU kammeret. Utformingen til substratholderen gjør at substrat kommer lengre fra varmeren. Substratet er plassert på en utstikker og det vil ha et større varmetap.

Temperatur forskjellen i målninger til pyrometeret før og etter deponering var lik når BTO ble deponert, men var forskjellig når SRO ble deponert. Grunnen til dette kan være at SRO filmen er ledende og vil lede varme bedre, mens BTO filmen ikke er ledene. Dette vil føre til at under vekst av SRO vil temperaturen stige under deponering. For å hindre at temperaturen bli forandret så mye under vekst kunne temperaturen ha blitt gradvis redusert etter som SRO tynnfilmene ble deponert.

Vekstparametrene til SRO ble funnet, men prøver ved 675 og 725°C burde ha bli grodd slik at den beste veksttemperaturen hadde blitt funnet mer nøyaktig. Deponeringen av SRO ble avslutet når pumpen til NTNU kammeret ankom og BTO deponeringen kunne begynne i NTNU kammeret. SRO filmer grodd ved 750 og 800°C hadde en minking i oscillasjonene i XRD skannet, dette betyr at filmene har blitt tynnere. Den mulige bakgrunn for tynnere filmer kan være fordampning av SRO ved høye temperaturer. Fordampningen vil skje ved høye temperaturer siden atomene har så stor energi at de forlater substratet etter at deponeringen har skjedd. Fordampning vil medføre at filmene blir tynnere, noe som stemmer godt overens med matlab utregningene. Resultatene viste at når filmene ble tynnere ble også resistansen av SRO filmene redusert. FWHM av SRO tynnfilmene var tynne og viste liten avhengighet til temperaturen. Tynn FWHM tilsier at filmene hadde en god krystallinitet, noe som også AFM resultatene viser. AFM dataene viste at den resulterende tynnfilmene hadde terrasse strukturer under alle deponerings temperaturene, men filmene ved 700°C og under hadde de tydeligste terrasse strukturer.

Vekstparameter bestemmelse til BTO viste at en reduisering av oksygentrykket under deponering fører til en mer jevn overflate. Ved redusert oksygentrykk får det utslåtte materialet en større midlere fri veilengde, materialet møter mindre motstand. Dette kan sees med at plumen får en annen form. Tykkelsen på prøven øker ved mindre trykk siden mer materiale blir overført til prøven. XRD RC skann viste at 001 toppen til BTO ble bredere når filmene ble tynnere. Dette er sannsynligvis på grunn av at overgangen mellom STO og BTO blir en større andel av den totale filmtykkelsen og det vil bli forholdsvis mange refleksjoner fra andre C verdier. Alle filmene av BTO hadde tynne full bredde halv maksimum, dette vil si at filmene har en god krystallinitet. AFM bildene av BTO filmene grodd ved 0,1 mbar viser en ujevn overflate noe som er ikke i henhold

til FWHM resultatet.

De første tynnfilmen ble ikke grodd før mars 2006, dette sammen med store problemer med PLD laben når den først var i gang førte til store forsinkelser. Det ble derfor bare grodd prøver for parameter bestemmelse. Det som forsinket mye var at laseren når den skulle bli startet opp for første gang viste det seg at den lekte, laseren måtte da bli sendt tilbake til produsenten i Tyskland for å fikse den, pumpene tålte ikke belastningen og 5 pumper er blitt ødelagt og blitt byttet ut, disse måtte bli sent fra produsent noe som forsinket arbeidet.

8 Konklusjon

Etter som de få gjenværene småproblemene blir fjernet vil PLD laben til NTNU/Sintef bli et viktig verktøy for forskning på komplekse oksider. PLD er fremtidens måte å gro komplekse oksider da det er lett og raskt å vokse supergitter, støkiometriske og monokrystallinske tynnfilmer.

I PLD laben ble laserfotavtrykket optimalisert ved at laseravtrykket var minst mulig ved targetholderen, som fører til at laseren har størst mulig effekt per areal når det treffer target. Effekt per areal kan bli justert ved forandring av lengden mellom fokuseringslinsen og target.

På grunn av forskjellig utformingen til substratholderen i NTNU og Sintef kammeret, vil det være vanskelig å sammenligne temperatur resultater mellom kammerene.

FWHM målinger gjennomført ved hjelp av XRD viste at tynnfilmene av både SRO og BTO var krystallinske siden FWHM verdiene var små. Tykkelsen til tynnfilmene viste stor avhengighet til temperatur, lasereffekt og trykk. Når trykket minket eller lasereffekten økte, økte tykkelsen til tynnfilmene. Når temperaturen ble høy nok ville også tykkelsen bli mindre på grunn av fordampning.

SRO parameter bestemmelse i Sintef kammeret har blitt gjennomført med suksess og best temperatur for SRO tynnfilmer under vekst ble funnet. FWHM verdien for SRO filmene viste ingen avhengighet til veksttemperaturen. Motstanden i SRO viste en avhengighet til temperaturen, høyere temperatur ga høyere motstand.

BTO ble det funnet oksygentrykk under vekst som ga jevne overflater til tynnfilmene. FWHM verdien for BTO filmene viste ingen avhengighet til oksygentrykket under vekst.

Når RHEED utstyret på NTNU kammeret blir driftsklar vil deponeringen av komplekse oksider bli bedre forstått. RHEED gir informasjon om hvilken måte tynnfilmen blir deponert på steg, lag, øyer eller blandinger av disse. Dette er viktig siden hvordan overflaten vokser er viktig for kvaliteten til tynnfilmer av komplekse oksider. RHEED vil gi bedre informasjon av hva de forskjellige vekstparametrene kontrollerer av overflate prosesser.

Vinkelen til substratet er en parameter som skulle ha blitt belyst da dette har stor betydning for om tynnfilmen vokser i steg, lag, øyer eller blandinger av disse og dette bestemmer kvaliteten til tynnfilm overflaten etter vekst.

Vil gjerne takke Thomas Tybell og Ryota Takahashi ved Institutt for elektronikk og telekommunikasjon for all hjelp til diplomtet.

Referanser

- [1] Guus Rijnders. *The Initial Growth of Complex Oxides: Study and Manipulation*. PhD thesis, University of Twente, 2001.
- [2] Stig Lauvmo. Synthesis of complex oxides with pulsed laser deposition. Technical report, NTNU, 2005.
- [3] Y.Z.Yoo et al. Contribution of oxygen partial pressures investigated over a wide range to SrRuO₃ thin-film properties in laser deposition processing. *Journal of Applied Physics*, 97:103525–103531, May 2005.
- [4] H.C.Choe T.S.Kang J.H.Jeb J.H.Moon B.T.Lee S.S.Kim. Early stage heteroepitaxial growth of srRuO₃ films on srTiO₃ (001) depending on the growth temperature during pulsed laser deposition. *Thin Solid Films*, 474:44–49, 2005.
- [5] P.Orgiani C.Aruta G.Balestrino S.Lavanga P.G.Medaglia A.Tebano. Strain effect on transport properties of SrRuO₃ films grown by laser mbe. *The European Physical Journal B*, 26:23–28, 2002.
- [6] S.B.Mi et al. Heterostructures of BaTiO₃ bilayer films grown on SrTiO₃(0 0 1) under different oxygen pressures. *Journal of Crystal Growth*, 283:425, June 2005.
- [7] E.W.Kreutz J.Gottmann. Pld of perovskite coatings for optoelectronics, microelectronics, and microtechnology. *Journal of the European Ceramic Society*, 24: 979–984, 2004.
- [8] T.Zhao F.Chen H.Lu G.Yang Z.Chen. Thickness and oxygen pressure dependent structural characteristics of BaTiO₃ thin films grown by laser molecular beam epitaxy. *Journal of Applied Physics*, 87(10):7442–7447, May 2000.
- [9] Rainer Waser, editor. *Nanoelectronics and Information Technology*. Wiley-VCH, 2003. ISBN 3-527-40363-9.
- [10] M.Quirk J.Serda. *Semiconductor Manufacturing Technology*. Prentice Hall, 2001. ISBN 0-13-081520-9.
- [11] Lambda Physic, Hans-Böckler-Strasse 12. *User Manual LPX Pro*, 0409 edition, September 2004.
- [12] Twente Solid State Technology, De Wilmskamp 2, 7552 GC HEMGELO, The Netherlands. *Software Manual for the PLD-MBE system with High-Pressure RHEED*, 0602 edition, Februar 2006.

A Tastatur til Laser

A: Run/stop: Starter og stopper laseren.

B: Trigger: Kan velge hva som skal trigge laserpulsene.

- INT: Laser pulsene blir trigget av den interne trigger generatoren.
- EXT: Laser pulsene er trigget av en ekstern trigger som må være koblet til den eksterne trigger porten.

C: Mode: Velge hvilken modus som laseren skal operere i.

- HV: Laseren vil operere i en konstant høyspenning modus, energien i strålen vil reduseres etter hvert som gassen forringes.
- EGY PGR: Energien i strålen blir holdt konstant ved å øke spenningen for å oppveie for forringingen av gassen. Når spenningen kommer til en forhåndsatt verdi vil laseren automatisk bytte ut noe av gassen og HV verdien blir redusert.
- EGY NOR: samme EGY PGR, men gassen vil ikke byttes ut automatisk.

D: Bestemme laser parametere, alle verdier blir tastet inn ved hjelp av nummer tastene (O) og innskrivningen blir bekreftet ved Enter (N) tasten.

- REPRATE: Endring av laserens repetisjons rate, repetisjonsraten er antall laser pulser i sekundet laseren sender ut.
- HV: Setter spenningen under HV konstant modus.
- EGY: Sette energien til laser strålen som blir brukt under konstant energi modus, verdien blir satt i mJ.

E: COUNT: Teller for pulser.

- SEL: Viser antall laserpulser.
 - Total Counter: Denne viser antall pulser laseren har sendt ut siden laseren ble produsert.
 - User Counter: Dette er en teller som viser antall pulser siden User Counter ble nullstilt.
- Reset: Denne tasten nullstiller User Counter, Total Counter kan ikke bli nullstilt av brukeren.

F: Gassmeny:

- NEW FILL: Bytter ut gassen i laser røret med ny gass.
- FLUSH LINE: Tømmer valgte gass rør i 2 s.
- PURGE LINE: Tømmer valgte gass rør i 5 s og fyller røret med inert gass.
- PURGE RESERVIOR: Tømmer all gass som er i laser røret.

G: Meny: Ved hjelp av denne kan du velge eller nullstille laserens gassmenyer.

- SEL: Velger forskjellige gass menyer for å justere gass verdier, hvis laseren blir operert med bare en gass blanding vil denne tasten ikke ha noen verdi.
- RESET: Denne nullstiller gass verdiene tilbake til fabrikkspesifikasjonene.

H: Skjermen til den håndholdte tastaturet, viser all informasjon.

I: Funksjons taster: Disse tastene brukes for å velge forskjellige laser operasjoner eller å vise disse funksjonene.

F1: Viser informasjon om låser.

F2: Når laseren er startet men ikke avgir en laserstråle vil denne slå av lav lys funksjon eller kan brukes til å hoppe over oppvarmings periode hvis laseren er i denne fasen. Denne funksjonen er bare for feilsøkning eller vedlikehold og skal bare bli brukt av autorisert og trent personell, funksjonen er passord beskyttet.

F3: Tømmer laser røret og fyller det med 200 mbar halogen og 900 mbar He for å passivere laseren. Gjelder bare hvis laseren opererer i single gass modus.

F4: Viser fyllings verdi for halogen filteret, med muligheter for å nullstille, verdien er matematisk utregnet.

F5: Slår av temperatur kontrollen til laseren, for bruk ved vedlikehold og feilsøking skal bare bli brukt av trent og autorisert personell, passordbeskyttet.

F6: Manual inert: Skyllerlaseren i 10 s med gassen tilkoblet inert tilkoblingen. Transportation fill: Fyller laseren med 1500 mbar fra buffer tilkoblingen.

F7: Manuell innpumping av Halogen ventilen åpen i 2 s.

F8: Gass modus, singel eller forblandet gass. Forblandet er gass ferdig blandet i en flaske mens singel har man en gassflaske per gass.

F9: Ikke i bruk.

F10: Charge On Demand slått av eller på.

J: EGY Cal tast: Velger en rutine for å kalibrere den innvendige energi måleren til en ekstern energi måling. Denne skal helst bare bli brukt av autorisert og utdannet fag personell.

K: BREAK tasten: Avslutter den valgte handlingen, stopper laseren.

L: EXE tasten: Utfører den valgte handlingen.

M: Pil taster: Velging av meny elementer.

N: Enter tast: Bekrefte inntastet tall eller velge menyelement.

O: Innskrivning av tall verdier.

B Vedlikehold

Vedlikehold av utstyr bedrer levetiden til utstyret. Energien til laseren vil bli redusert etter bruk fordi at gass som er i laseren vil få redusert energi nivå, bytte av gass burde skje minimum en gang i måneden, kapittel B.1 forklarer hvordan dette skal gjøres.

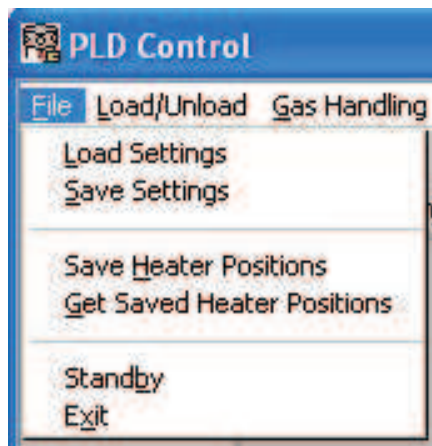
B.1 Bytting av gass

Når energien til laseren begynner å bli lav er det mest sannsynligvis at gassen i laseren må bli byttet ut, den gassen som skal inn i laseren må være ren derfor er det viktig at den øverste gassen i gassflaskene må bli ventilert ut. Dette er ekstremt viktig nå gassflasker har blitt byttet ut. Gassflaskene åpnes og fyller gassrøret, trykkmålerne ved gassflaskene går opp til riktig verdi (er merket), skrur så igjen gassflaskene og tømmer gassrøret ved hjelp av **Flush Line** på lasertastaturet (kapittel 4.10.1), helt til trykkmåleren ved gassflaskene sier at røret er tomt. **Flush Line** åpner ventilen i 2 s slik at gassen blir ventilert ut, 2 ser ikke nok for å tømme gassrøret helt, noe som betyr at **Flush Line** må velges flere ganger for å tømme gassrørene.

Dette må gjøres tre ganger med alle de forskjellige gassene som skal inn i laseren, gassflaskene må være åpne etter tredje gang slik at gassrørene er fulle. Når dette er gjort med, Neon (buffer), Krypton (rare), helium (inert) og fluor velges **New Fill** på tastaturet, laseren blir pumpet ned til 30 mbar og fyller på ny gass. Etter at dette er gjort må Fluor gassen bli tømt ut av gassrøret og byttet ut med helium (inert) siden fluor gassen er etsende og kan ødelegge gassrørene, dette gjøres med **Purge Line**.

C Menyer programvaren

En komplett oversikt og beskrivelse over alle menyer og skjermbilder til PLDCONTROL.exe følger i dette kapittel.



Figur C.9: Filmenyen

Load settings (figur C.9) brukes for å laste inn gamle lagrede parametrene. Parametrene er substrattemperatur, temperatursteg⁸, trykk, utglødnings⁹ trykk og oksygen, argon, nitrogen, nitrogen 2 prosent.

Save settings lagrer parametrene til fil, dette bruker man hvis man vil deponere senere med de samme parametrene.

Save heater position lagrer den posisjonen som substratvarmeren har nå, brukes hvis det er gjort justeringer som man er sikker på er mer nøyaktig. Disse blir lagret til en fil som heter heater.dat, anbefales å ta en kopi av den gamle filen før man lagrer nye data til filen.

Get Saved Heater Position flytte substratvarmeren tilbake til den posisjonen som er lagret i filen heater.dat, hvis man for eksempel har flyttet substrat varmen, men vil ha substratvarmeren tilbake til den lagrede posisjonen.

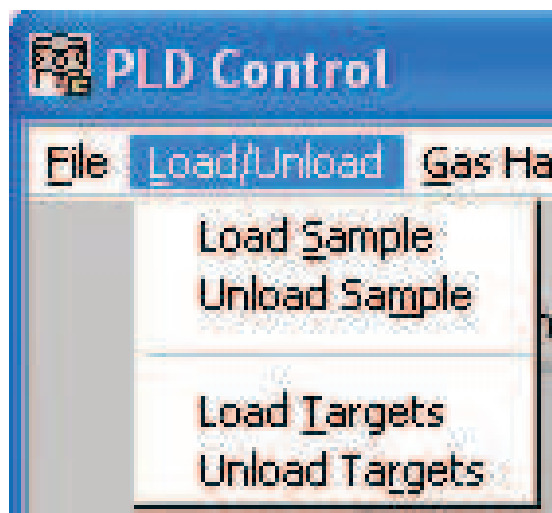
Standby setter kammeret i "nullposisjon" ved å flytte substratvarmen og targetholderen til "nullposisjon" samt riktig asimut og helningsvinkel, gjennomfører en kontroll av kammeret, starter pumper og stenger ventiler. Det er viktig at man husker å bruke **Standby** eller **Exit** når man er ferdig med deponering for dagen, slik at ved strømbrudd, PC krasj eller liknende, programmet kan bli startet opp igjen uten problemer.

Exit brukes veldig sjeldent, anbefales å bruke **Standby** istedenfor. Vil sette kammeret i "nullposisjon" og avslutte programmet.

Load Sample (figur C.10) klargjør kammeret for innlasting av substrat. Etter at innlastningsslusen er ventilert sier programmet ifra at brukeren må sette en substratholder på styrestangen, etter at dette er gjort må brukeren velge [OK]. Innlastningsslusen blir pumpet ned til vakuu, en sluse mellom innlastningsslusen og kammeret blir åpnet og substratholderen kan introdusere til substratvarmen, ved hjelp av styrestangen. Hvis det ikke er mulig å laste substratholderen inn i substratvarmeren kommer

⁸Engelsk: Ramp rate

⁹Engelsk: Annealings



Figur C.10: Inn og utlesnings meny

det fram en meny der man kan justere posisjonen til substratvarmeren. Etter at man har bekreftet dette blir ventilen mellom innlastningsslusen og kammeret lukket.

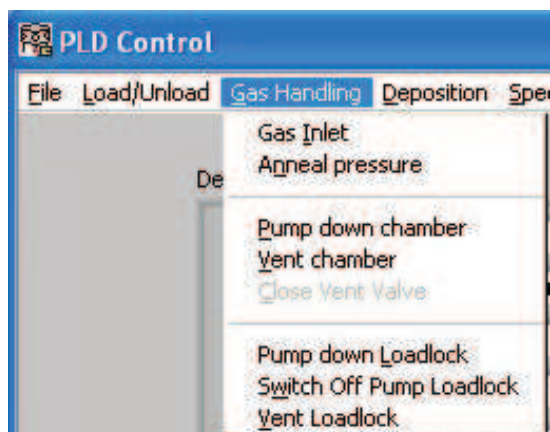
Unload Sample klargjør kammeret for uttakking av substratholderen fra substratvarmeren. Når ventilen mellom kammeret og innlastningsslusen blir åpent kan substratholderen taes ut. Hvis substratholderen er vanskelig å ta ut kan posisjonen til substratvarmen bli justert i hovedvinduet. Når substratholderen er tatt ut og dette er bekreftet vil ventilen lukkes og innlastningsslusen blir ventilert etter at innlastningsslusen er ventilert kan substratholderen bli tatt ut.

Load Targets klargjør kammeret for innlasting av targetholderen. Programmet vil ventilere innlastningsslusen slik at man kan skru targetholderen på styrestangen, når dette er bekreftet vil innlastningsslusen bli pumpet ned til vakuum, substratvarmeren blir flyttet slik at den ikke er i veien. Ved hjelp av styrestangen føres nå targetholderen inn til targetholderforankringen. Når brukeren bekrefter dette i programvaren vil ventilen mellom kammeret og innlastningsslusen bli stengt.

Unload Targets substratvarmeren flyttes og ventilen mellom innlastningsslusen og kammeret blir åpnet. Targetholderen er nå klar for fjerning fra kammeret ved hjelp av styrestangen, når brukeren har bekreftet dette, blir ventilen lukket og innlastningsslusen blir ventilert, targetholderen kan nå fjernes fra styrestangen.

Gas Inlet (figur C.11) pumper inn den gassblandingen som er blitt spesifisert i hovedvinduet. Dette er den første kommandoen som blir utført for å klargjøre kammeret for deponering.

Anneal Pressure pumper inn det oksygen trykket som er satt som utglødningsstrykket. Dette er en kommando som vanligvis blir gjennomført etter deponering slik at prøven oppholder seg i et høyt oksygentrykk for å bedre oksygen innholdet i tynnfilmene. Utglødningsstrykket kan settes mellom 100 til 1000 mbar, hvis verdier utenfor dette området blir valgt vil den nærmeste verdien bli automatisk valgt. Dette medfører at vakuumkammeret får et høyt trykk programmet vil derfor sjekke trykket på RHEED røret, hvis trykket overstiger en sikkerhets verdi vil innpumpingen av gass stoppe og brukeren blir spurt om ventilen på RHEED røret er lukket.



Figur C.11: Gassmeny

Pump down chamber pumper ned hovedkammeret til vakuum. Denne kommandoen brukes blant annet etter at kammeret er kjølt ned etter deponering eller utglødning. Før å få lov til å ta ut prøven må kammeret bli pumpet ned til vakuum, men dette vil bli gjort automatisk av programmet ved inn/utlastninger.

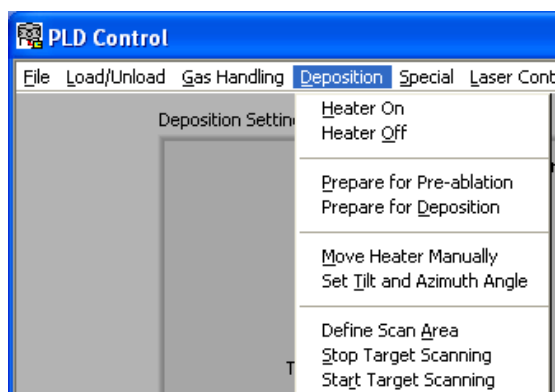
Vent chamber ventilerer hovedkammeret med ventilerings gassen, brukes når hovedkammeret må åpnes.

Close Vent Valve manuell lukking av ventileringsventil når kammeret blir ventilerert, skal bare brukes i nødstilfelle.

Pump Down Loadlock pumper ned innlastningsslusen til vakuumtrykk. Programmet trenger en bekreftelse fra brukeren at innlastningsluse døren er lukket, viktig å påse at døren er igjen. Denne kommandoen vil også bli utført ved inn og utlastning.

Switch off Pump Loadlock skrur av pumpen som pumper innlastningsslusen, dette brukes for å minske vibrasjoner når RHEED er i gang.

Vent Loadlock ventilerer utlastningsslusen denne blir automatisk utført ved inn og utlastnings, ventilasjonsgassen vil være på helt til **Pump Down Loadlock** kommandoen blir valgt.



Figur C.12: Deponeringsmeny

Heater on (figur C.12) skrur på substratvarmeren med parametrene sett punkt ¹⁰ temperaturen og temperatursteg som står i hovedvinduet. Hvor varm substratvarmeren virkelig er kan leses fra faktiske ¹¹ temperatur indikatoren i hovedvinduet, temperaturleseren er optimalisert mellom 600 til 1100°C.

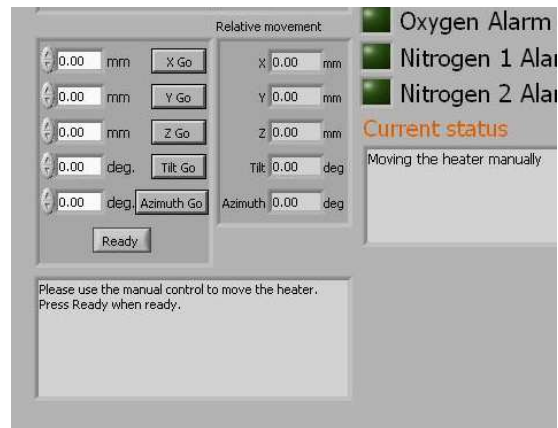
Heater Off skrur av substratvarmeren og prøver å følge verdien temperatursteg som står i hovedvinduet, ved å skru varmeren av og på, hvis denne er 0 vil substratvarmeren bli skrudd helt av.

Prepare for pre-ablation klargjør kammeret for rengjøring av targets. Targetholderen og substratvarmeren blir flyttet til deponerings posisjon, med target substratavstanden som er satt i hovedvinduet, shutteren blir lukket for å hindre at materiale blir deponert på substratet. Det er viktig at brukeren velger hvilket target som skal bli rengjort før denne kommandoen blir valgt, siden targets ikke kan velges etter at denne kommandoen er utført. Programmet vil så starte target bevegelsene som ble satt i **Define Scan Area**.

Prepare for Deposition klargjør kammeret for deponering, åpner shutteren mellom target og substratet, valgt target blir satt i riktig posisjon. Før kommandoen blir valgt må brukeren huske å velge hvilket target som det skal bli deponert fra og target til substrat distansen, da disse ikke kan bli justert under deponering, det er mulig å justere helning og asimut vinkelen.

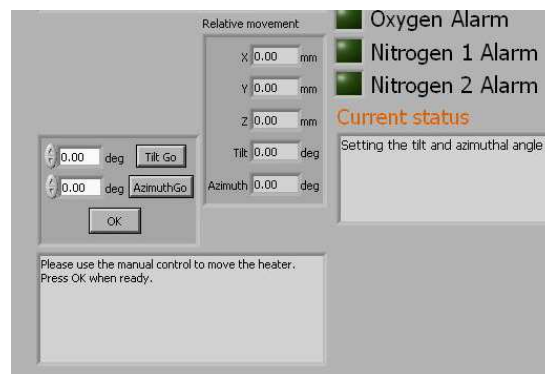
¹⁰Engelsk Setpoint

¹¹Actual



Figur C.13: Posisjonerings meny

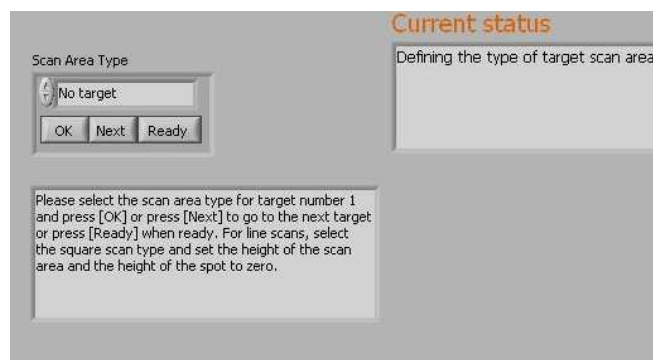
Move Heater Manually (figur C.13) hvis substratvarmeren ikke er plassert nøyaktig nok, kan substratvarmen posisjonen bli justert ved hjelp av denne kommandoen, det vil komme tilsyne valg i hovedvinduet der man kan justere x, y, z, helnings og asimutvinkel. X retningen er parallell, Y er vinkelrett og Z er loddrett til substrat overflaten, tilt er rundt vertikalen mens asimut er rundt substrat overflatens normal. Det er de samme valgene som kommer opp ved ut og innlastninger av substratholderen.



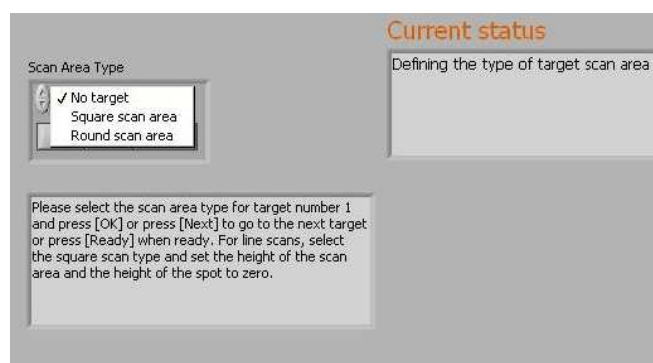
Figur C.14: Justering av Tilt og Asimut vinkler

Set Tilt and Azimuth angle(figur C.14) for å justere substrat varmerens helning og asimutvinkel, brukes ved RHEED for å orientere substratet etter RHEED strålen.

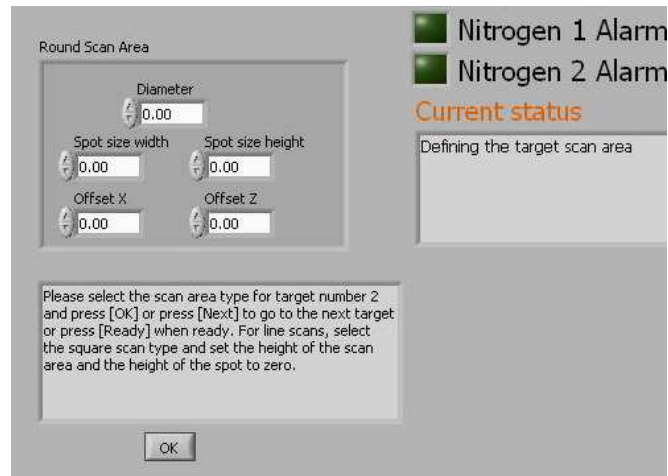
Define Scan Area får enn rekke spørsmål i hovedvinduet for å sette hvordan target skal bevege seg og hvor laser strålen skal treffe under deponering.



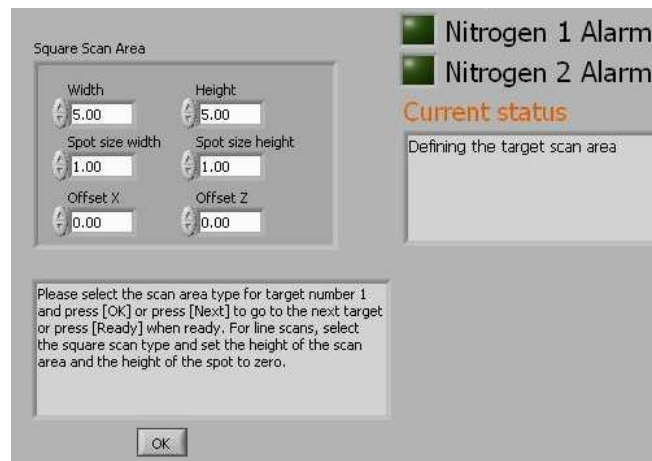
Figur C.15: Menyen som kommer opp når kommandoen **Define Scan Area** blir valgt.



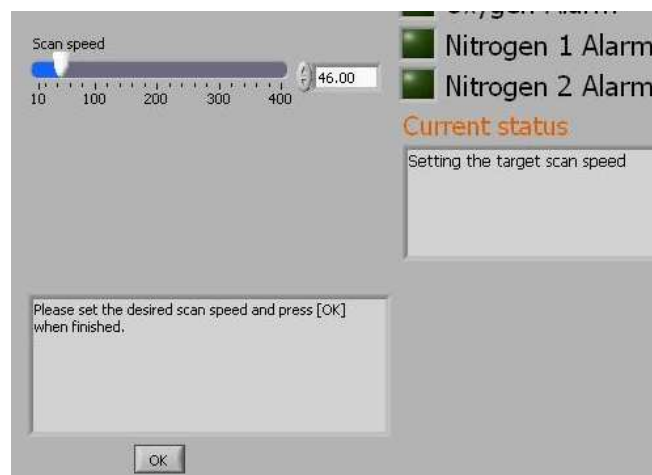
Figur C.16: Velger hva slags type target som er satt inn i kammeret, rundt eller firkantet.



Figur C.17: Setter her diametren på den runde target og størrelsen på laserstrålen, alt i mm.



Figur C.18: Setter her parametere for en firkantet target samt størrelsen til laser strålen.



Figur C.19: Setter hvor fort targetholderen skal bevege seg, 400 er maksimum fart og brukes under deponering.

Stop Target Scanning, stopper bevegelsen til targetholderen som ble satt i **Define Scan Area**, må brukes hvis man er ferdig med rengjøring av targets og skal begynne med deponering, blir kaldt automatisk fra andre kommandoer som for eksempel **Unload Targets** eller **Load Targets**.

Start Target Scanning, starter targetholder bevegelsen som ble satt i **Define Scan Area**. Denne kommandoen blir automatisk startet når kommandoene **Prepare for Deposition** eller **Prepare for Preablation** blir valgt.

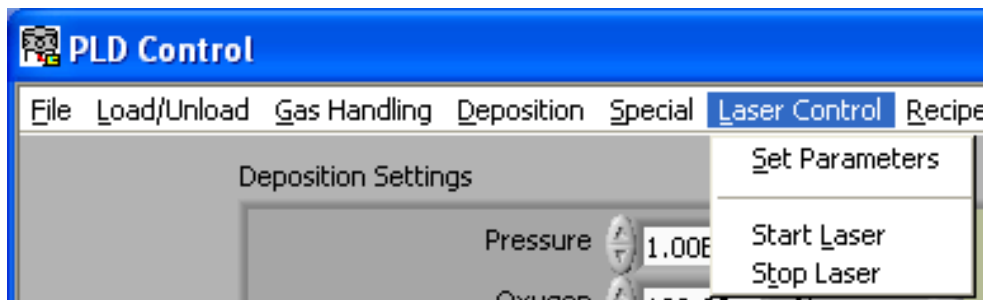


Figur C.20: Meny for vedlikeholdsoppgaver

Calibrate heater positions (figur C.20) brukes for kalibrerer substratvarmerens fire posisjoner, inn/utlasting av substratholder, lasting av targetholder og deponerings posisjon.

Degas Combi Gauge Main Chamber etter en tids bruk kan avsetninger på elektrode systemet lede til ustabile målinger. Vil bli automatisk avsluttet etter 3 min hvis brukeren ikke gjør det, kan bare bli startet ved trykk under $7.2 \cdot 10^{-6}$ mbar.

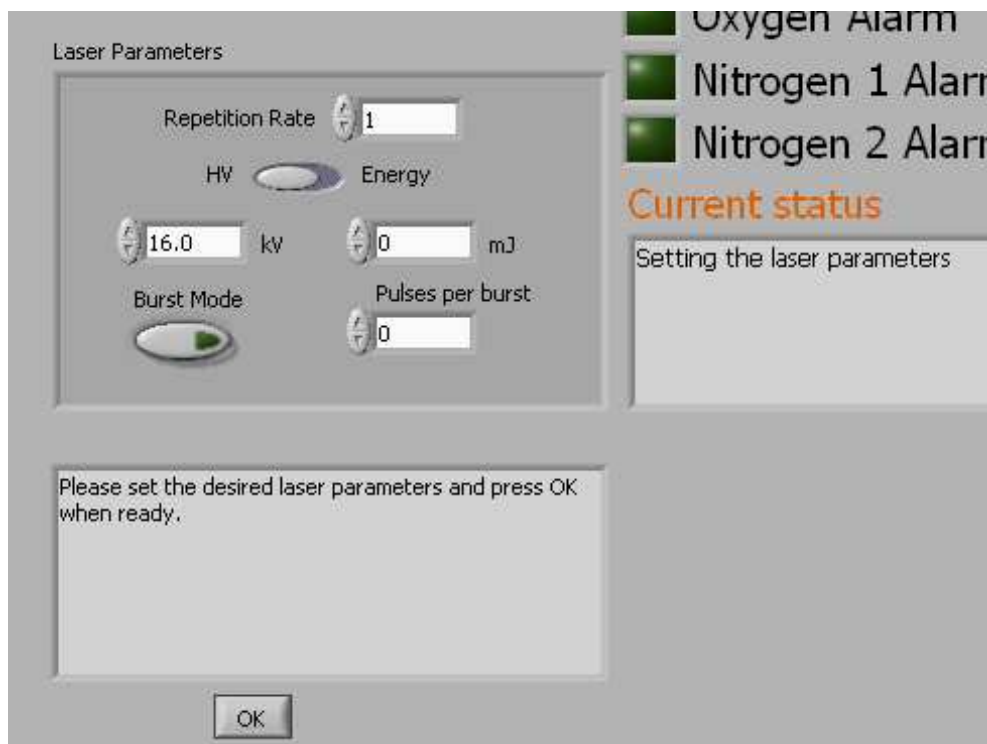
Stop Degas Combi Gauge Main Chamber stopper **Degas Combi Gauge Main Chamber** kommandoen.



Figur C.21: Meny for kontroll av laser

Start laser figur C.21 starter laseren med de parametrene som er satt i **Set Parameters**.

Stop laser stopper laseren.

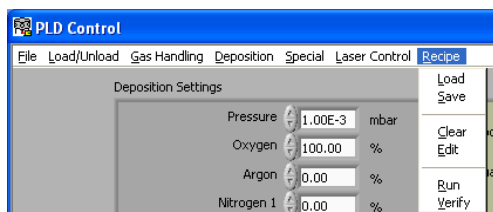


Figur C.22: Oversikt over laser parametrene

Set Parameters figur C.22 viser hvor parametrene for laseren kan bli satt, parametrene er frekvens, energi og spenning.

D Oppskrifter

PLDControll.exe kommer med et valg der du kan lage oppskrifter¹² dette betyr at du kan skrive inn alt programmet skal gjøre, for eksempel pumpe ned innlastningsslusen, klargjøre prøven for deponering, kjør laseren i 3000 pulser, velg nytt target også videre. Du slipper med andre ord å passe på programmet hele tiden og vekst av tynnfilmer med forskjellige targets blir enklere, reproduisering av tynnfilmer blir enklere.



Figur D.23: Recipe Meny

Load(figur D.23) kommando for å laste inn gamle oppskrifter fra fil.

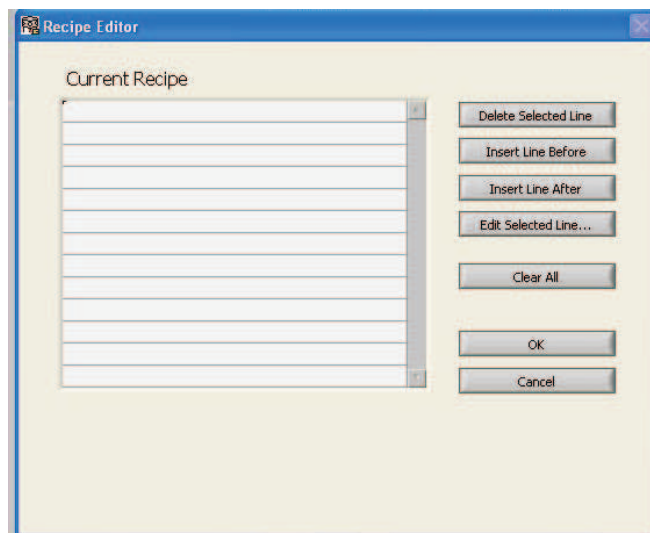
Save kommando for å lagre oppskriften til fil.

Clear sletter den gjeldende oppskriften.

Edit når denne kommandoen blir valgt figur D.24 kommer fram. Her er det mulig å se hva gjeldende oppskrift har av kommandoer.

Run starter oppskriften.

Verify sjekker om oppskriften er riktig, kan sjekke syntaks, kan ikke sjekke om kommandoene kommer i riktig rekkefølge.



Figur D.24: Valg for å endre den gjeldende oppskriften

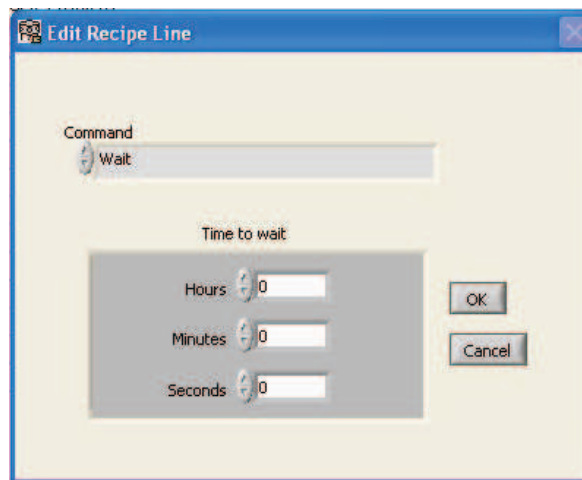
Delete Selected Line (figur D.24) sletter den linjen som er markert.

Insert Line Before setter inn en tom linje før den linjen som er markert.

¹²Engelsk: Recipe

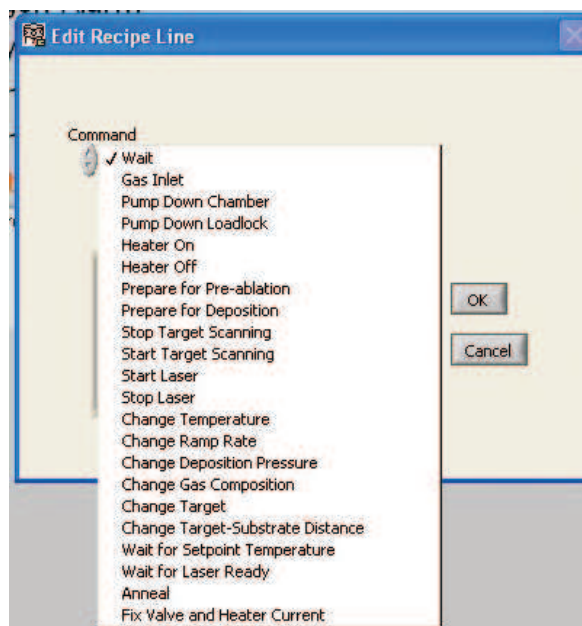
Insert Line After setter inn en linje etter den linjen som er markert.

Clear All sletter den valgt oppskriften, sletter ikke filen hvis den er lagret fil.



Figur D.25: Endre den gjeldende linjen i oppskriftmeny, se kapittel D.1 for detaljer.

Edit Selected Line figur D.25 kommer fram når denne kommandoen blir valgt. Her kan du bestemme parametere for den valgte kommandoen.



Figur D.26: Alle kommandoene som kan bli brukt i oppskrifter, beskrevet i kapittel D.1

Figur D.26 viser alle kommandoene som kan bli kjørt i recipe. Disse kommandoene og parametrene til disse er beskrevet i kapittel D.1

D.1 Oppskrift syntakser

Anneal mbar

Deposition target nr, target-substrat avstand mm

Distance target-substrat avstand mm

freeze

Gas mbar, O₂ prosent, Ar prosent, N prosent

Heater On, °C, °C/min

Heater Off, °C/min

Laser On, Hz, Burst modus (on/off), hvis burst modus på antall pulser

Laser Off

Mixture O₂ prosent, Ar prosent, N prosent

Preablation target nr, targetsubstrat avstand

Pressure mbar

Pump Chamber

Pump Loadlock

Ramp °C/min

Scan Off

Scan On

Target Target nummer

Temperature °C

Wait s

Wait Temperature

Wait Laser

D.2 Eksempel oppskrift

Gas 0.1, 100, 0, 0

- Pumper inn 100 % oksygen til et trykk på 0,1 mbar.

Wait 60

- Venter for at trykket skal stabilisere seg

Heater On, 800, 20

- Skrur på substrat varmeren med en settpunkt temperatur på 800°C og temperaturen øker med 20°C/min.

Wait Temperatur

- Venter til temperaturen har nådd sett punktet, i dette tilfelle 800°C.

Preablation 1, 55

- Klargjør prøve 1 for rengjøring, med et target til substrat avstand på 55 mm shutteren mellom substrat og target lukkes.

Laser On, 5, on, 3000

- Setter på laseren, sender 3000 pulser i burst modus med 5 Hz(10 min).

Wait Laser

- Venter til laseren er ferdig

Deposition 1, 55

- Klargjøring av target 1 til deponering, avstanden mellom target og substrat satt til 55 mm, shutter åpnes.

Laser On, 2, on, 2400

- Deponering begynner, laseren operer ved 2 Hz, i burst modus, 2400 pulser blir sendt ut (20 min).

Wait Laser

- Venter til laseren er ferdig

Temperature 30

- Setter settpunkt temperaturen till 30°C.

Wait Temperature

- Venter til temperaturen har nådd settpunkt temperaturen

Pump Chamber

- Pumper ned kammeret

E Matlab skript

```

% *****
% Skript for beregning av tykkelse på epitaksielle
% filmer.
% Basert på et skript av Øystein Dahl
% Espen Eberg 04.07.2005
% *****

clc
clear all
prove= 's060503';           % Navnet på prøven
t=20;                       % Veksttid i minutter

% *****
% Leser inn data fra XRD
% *****

% Leser inn filen fra XRD-scan
%data = dlmread('p060503_uc_18_25.UXD'); %18 til 25 grader
data = dlmread('p060503_uc_20_235_ss5.UXD');
%data = dlmread('p060503_uc_40_48.UXD');%40 til 48 grader
%data = dlmread('p060503_uc_03_6.UXD'); %0,3 til 6 grader

% Legger måledata over i to vektorer:
deg = data(:,1);           % 2*Theta i grader
int_maalt = data(:,2);    % Intensitet

% *****
% Parametre
% *****

% Bølgelengde til røntgenstråle
lambda=1.5406;

% Gitterparameter d_001 for SrTiO_3 (STO)
d_001_sto=3.905;

% Bragg-betingelsen for STO
theta_b=asin(lambda/(2*d_001_sto));
theta_b2=asin(2*lambda/(2*d_001_sto));

```

```

% *****
% Parametre som tilpasses
% *****
%

% 1) Finne offsett i vinkelen theta (figur 1):
% Intenstitetstoppen til STO tilnærmes med en gaussisk kurve,
% ligning (1) Finn offsett ved å variere sigma og delta
% (se på figur 1). Amplituden amp1 endrer også verdiene på
% y-aksen
sigma=2.00e-8;
delta=.00360;
amp1=312.25e3;

% 2) Finne gitterparameter C for BTO og tykkelsen på filmen:
% Intensiteten er tilnærmet med ligning (2). Variér d_100_sro
% Finn tykkelsen på filmen ved å variere N, sidelobenes
% plassering er en funksjon av antall atomlag N.
d_100_sro=4.051;
N=170;
amp2=0.321; %figur 2

% Beregninger gjøres for 2. orden i Bragg-betingelsen

% 3) Tilsvarende 1)      Ligning (3)
sigma2=1.9e-8;
delta2=-.00170;
amp3=39.0e4;

% 4) tilsvarende 2)      Ligning (4)
d_100_sro_2=4.044;
N2=170;
amp4=0.012;

% 5) Fringe
delta3=.00002;
d_100_sro_3=4.044;
N3=170;
amp5=0.6e3;
rough=260;

% *****

```



```

% Ligninger
% *****

% Gir offsett i vinkelen theta, og regner om fra 2*theta i
% grader til theta i radianer
theta=(deg-delta)*pi/180/2;
theta2=(deg-delta2)*pi/180/2;
theta3=(deg-delta3)*pi/180/2;

% Filmtykkelse og vekstrate
hoyde=d_100_sro*N;           %[Å]
hoyde2=d_100_sro_2*N2;      %[Å]
hoyde3=d_100_sro_3*N3;      %[Å]

vekstrate=hoyde/t;           %[Å/min]
vekstrate2=hoyde2/t;         %[Å/min]
vekstrate3=hoyde3/t;         %[Å/min]

% Ligning (1)
int_sto = amp1*exp(-(theta-theta_b).^2/sigma);

% Ligning (2)
int=amp2*(sin(N*2*pi*d_100_sro/lambda*sin(theta))
./sin(2*pi*d_100_sro/lambda*sin(theta))).^2;

% Ligning (3)
int_sto2 = amp3*exp(-(theta2-theta_b2).^2/sigma2);

% Ligning (4)
int2=amp4*(sin(N2*2*pi*d_100_sro_2/lambda*sin(theta2))
./sin(2*pi*d_100_sro_2/lambda*sin(theta2))).^2;

% Ligning (5)
int3=(exp(-rough*((deg-0.3)*pi/180/2)))$ \rightarrow$
.*(amp5*(sin(N3*2*pi*d_100_sro_3/lambda*sin(theta3))
./sin(2*pi*d_100_sro_3/lambda*sin(theta3))).^2);

%Ligning (6)
%Finner Theta_B for SRO:
[y x]=max(int(1:ceil(length(int)/2)));
theta_1_lfo=deg(x);
[y2 x2]=max(int2(ceil(length(int2)/2):length(int2)));
theta_2_lfo=deg(x2+ceil(length(int2)/2));

```

```

% *****
% Generering av figurer, og justering av akser
% *****
%
figure(1), plot(deg, int_maalt, deg, int_sto);
title('STO-topp, n=1'), ylabel('Intensitet [ tellinger ]'),
xlabel('2\theta [ grader ]')
xlim([22.65 22.85]);
ylim([10^0 amp1*1.1]);

figure(2), semilogy(deg, int_maalt, deg, int)
title('BTO-og-STO-topp, n=1'),
ylabel('Intensitet [ tellinger ]'), xlabel('2\theta [ grader ]')
xlim([21 24]);
ylim([10^0 10^6]);

figure(3), plot(deg, int_maalt, deg, int_sto2);
title('STO-topp, n=2'),
ylabel('Intensitet [ tellinger ]'), xlabel('2\theta [ grader ]')
xlim([46.3 46.6]);
ylim([10^0 amp3*1.1]);

figure(4), semilogy(deg, int_maalt, deg, int2 + int_sto2)
title('BTO-og-STO-topp, n=2'),
ylabel('Intensitet [ tellinger ]'), xlabel('2\theta [ grader ]')
xlim([43 48]);
ylim([10^0 10^6]);

figure(5), semilogy(deg, int_maalt, deg, int3)
title('Fringe Pattern'), ylabel('Intensitet [ tellinger ]'),
xlabel('2\theta [ grader ]')
xlim([0.3 6]);
ylim([10^0 10^6]);

disp(prove)
disp('_')
disp('Parametere ekstrahert for n=1:')
disp(['Filmtykkelse = ' num2str(hoyde) ' Å'])
disp(['Vekstrate = ' num2str(vekstrate) ' Å/min'])
disp(['d_100_bto = ' num2str(d_100_sro) ' Å'])
disp(['Theta_1_b = ' num2str(theta_1_lfo) ' grader'])
disp('_')
disp('Parametere ekstrahert for n=2:')
disp(['Filmtykkelse = ' num2str(hoyde2) ' Å'])
disp(['Vekstrate = ' num2str(vekstrate2) ' Å/min'])
disp(['d_100_bto = ' num2str(d_100_sro_2) ' Å'])
disp(['Theta_2_b = ' num2str(theta_2_lfo) ' grader'])

```

```
disp(' ')
disp('Parametere_ekstrahert_for_fringe:')
disp(['Filmtykkelse_=_', num2str(hoyde3) ' Å'])
disp(['Vekstrate_=_', num2str(vekstrate3) ' Å/min'])
disp(['d_100_bto_=_', num2str(d_100_sro_3) ' Å'])
disp(['Roughness_=_', num2str(rough) ' '])
```