

**AZ ANYAGELTÁVOZÁS FOLYAMATAINAK VIZSGÁLATA
AZ IMPULZUSLÉZERES VÉKONYRÉTEG ÉPÍTÉS
SZEMPONTJÁBÓL KÁROS MIKRON MÉRETŰ
RÉSZECSKÉK SZÁMÁNAK CSÖKKENTÉSE CÉLJÁBÓL**

PhD értekezés tézisei

Smausz Kolombán Tamás

Témavezető: Dr Hopp Béla

Lézerfizikai Tanszéki Kutatócsoport, SZTE Optikai és
Kvantumelektronikai Tanszék

Szegedi Tudományegyetem
Optikai és Kvantumelektronikai Tanszék

Szeged

2003

1. Tudományos előzmények

Egy nagyteljesítményű lézer nyalábját a céltárgyra fókuszálva, a besugárzás hatására a felületre merőlegesen plazmaállapotú anyagfelhő lép ki (abláció), amely felfogható egy, az útjába helyezett szubsztráton, ahol vékonyréteggént rakódik le. A vékonyréteg növesztésének ezt a viszonylag egyszerű módját impulzuszézeres vékonyréteg leválasztásnak (Pulsed Laser Deposition, PLD) nevezik. Az ehhez szükséges kísérleti elrendezés egy vákuumkamrában elhelyezett céltárgyból és szubsztrátból áll. A folyamat általában vákuumban megy végbe, de a módszer alkalmas vékonyréteg építésre reaktív gázok jelenlétében is. Ez sokoldalú felhasználási lehetőséget biztosít a technológiának, mivel nincs szükség aktív elektromos alkatrészekre (pl. kisülési elektródák), ezért többféle reaktív gáz alkalmazható. Emellett az ablációs anyagfelhő gerjesztett atomjai könnyen reakcióba lépnek a gázkörnyezet molekuláival. A rendszer egyszerű felépítésével ellentétben a lézeres anyageltávolítás egy meglehetősen komplex folyamat, mely egyaránt függ az alkalmazott lézer paramétereitől (hullámhossz, energiasűrűség, impulzushossz) és a céltárgy optikai, termodinamikai, morfológiai tulajdonságaitól. A lézersugárzás elnyelődik az anyagban, ennek során a foton energiája először elektronok gerjesztési energiájává, majd kémiai, termális és mechanikai energiává alakul, kiváltva az ablációt. Az ablációs anyagfelhő atomok, molekulák, ionok, mikron méretű szilárd törmelékek és olvadt cseppek egyvelege, mely a belsejében uralkodó magas nyomás következtében nagy sebességgel terjed ki, erős, a felületre merőleges irányítottságot mutatva.

A módszer előnye, hogy, amennyiben ez a cél, megfelelő leválasztási paraméterek mellett az anyag átlagos sztöchiometriája a folyamat során megmarad, az anyagfelhő nagy kinetikus energiája következtében tömör vékonyréteg hozható létre, és az egy impulzussal épített réteg vékonysága miatt (az átlagos rétegvastagság kisebb is lehet, mint egy atomi réteg) jól

meghatározott vastagságú film állítható elő. Előnyei mellett azonban hátrányai is vannak, mint például a mikron méretű szilárd törmelékek és cseppek megjelenése a vékonyrétegen és hogy az anyagfelhő kis szórási szöge miatt csak viszonylag kis felületű homogén vékonyréteget lehet létrehozni.

A mikron méretű részecskék kialakulását több folyamat is okozhatja. A szilárd törmelékek megjelenésének oka az, hogy a céltárgy felületén már eleve létező, vagy a lézer nem egyenletes ablációja miatt később létrejövő néhány mikron átmérőjű struktúrákat leszakíthatja a lézer impulzus által indukált hősokk. A cseppek megjelenésének egyik oka a felszín alatti réteg felforrása. Ez a jelenség akkor következik be, amikor a lézer energiájának hővé alakításához szükséges idő kisebb, mint egy *skin* mélység felének megfelelő vastagságú réteg elpárolgásához szükséges idő. Ilyen esetben a felület alatti réteg túlhevül még mielőtt a felszíni réteg elpárologna, ami mikron méretű olvadékcseppek kifröccsenéséhez vezet. Az elpárolgó anyagmennyiség visszahatása az olvadt céltárgyban, vagy a lézer impulzus hatására megolvadt folyadékrétegben áramlásokat hoz létre, amely szintén cseppek kialakulásához vezet. A vékonyrétegek minőségének javítására számos, többé-kevésbé sikeres kísérletet tettek, azonban a mikron méretű részecskék teljes kiküszöbölése mindmáig megoldatlan probléma maradt, ebben az irányban további kutatásokra van szükség.

2. Célkitűzés

Mivel az anyageltávozás folyamatainak részletesebb megismerése hozzájárulhat a jobb minőségű, részecskementes vékonyrétegek előállításához, célkitűzéseim a következő pontokban foglalhatók össze:

- Meg kívántam vizsgálni, hogy a céltárgy felületének érdekessége hogyan befolyásolja politetrafluoroetilén excimer lézeres ablációja során az eltávozó, mikronos mérettartományba eső részecskék számát és méretét.
- A céltárgyak megolvasztásával (amennyiben erre van lehetőség) a felület elsimul, viszont az olvadékcseppek kifröccsenése jelentőssé válik. Ezért tanulmányozni kívántam az abláció folyamatát két, nagy mértékben eltérő hőtani és mechanikai tulajdonságokkal rendelkező fém (ón és bizmut) olvadékai esetén.
- Feltételezések szerint folyékony halmazállapotú céltárgyak esetén a folyadék mozgására gyakorolt hatása miatt a viszkozitás befolyásolja a cseppképződést. Célul tűztem ki megvizsgálni, hogy a céltárgy viszkozitása hogyan és milyen mértékben befolyásolja az abláció során a cseppek keletkezését.
- A vékonyréteg építés szempontjából fontos atomi és molekuláris részecskék sebessége nagyobb, mint a szennyező mikrométeres részecéké, ezért meg kívántam vizsgálni, hogy forgatható céltárgy alkalmazásával a kerületi sebesség függvényében milyen mértékben különíthetők el egymástól térben a különböző mérettartományba eső részecskék.

3. Vizsgálati módszerek

Kísérleteim során a céltárgyakat egy ArF excimer lézer nyalábjával abláltam, melynek hullámhossza 193 nm, impulzushossza pedig 20 ns. Az anyageltávozás folyamatának tanulmányozására a következő módszereket alkalmaztam.

Az abláció során eltávozó mikron méretű részecskék számának és méretének meghatározása

Az eltávozó anyagot egy, a minta felett, azzal párhuzamosan elhelyezett kvarclapon fogtam fel, melyet minden lézerimpulzus után kicseréltem. A

lerakódott részecskékről egy mikroszkóp-videokamera rendszerrel felvételeket készítettem, a képeket számítógéppel digitalizáltam. A lerakódott részecskék számát és méretét a Scion Image nevű számítógépes program segítségével, vagy kézi méréssel határoztam meg, annak függvényében, hogy melyik módszer volt az előnyösebb. A lerakódott olvadékcseppek esetén megbecsültem ezek térfogatát is félgömb alakot feltételezve.

Az anyageltávolítás folyamatának időfelbontásos vizsgálata

Ahhoz, hogy az abláció folyamatát különböző időpillanatokban megfigyelhessem, a minta felszínét Coumarin 153 festéklézer impulzusaival világítottam meg, melynek szabályozhattam a késleltetését az excimer lézer impulzusához képest. A felszínt egy mikroszkóp-kamera rendszerrel figyeltem meg, a felvételekhez az exponáló fényt a festéklézer 1ns időtartamú impulzusa biztosította.

Az abláció során keletkező anyagfelhő komponenseinek sebesség szerinti szétválasztása

Az ablálandó mintát egy forgatható állványra helyeztem, melynek a fordulatszáma folytonosan változtatható volt. Az excimer lézer nyalábját a mintatartó pereme közelében egy hengerlencsével a minta felszínén vonallá fókuszáltam. A fókusz helyén az elérhető maximális kerületi sebesség 36,4 m/s volt. Amikor a céltárgyat abláció közben forgatjuk, a kilövellő anyagnak a céltárgy síkjával párhuzamos sebességkomponense is lesz, amely a nagysebességű részecskénél csak kis irányváltoztatást okoz az eredeti mozgásirányhoz képest, azonban a lassúbb részecskénél a forgás irányában való eltérülés jelentőssé válik, lehetővé téve a komponensek sebesség szerinti térbeli szétválasztását.

4. Új tudományos eredmények

1. Megvizsgáltam, hogy a Teflon fólia excimer lézeres ablációja során hogyan és milyen mértékben befolyásolja a céltárgy felületének morfológiája a mikron méretű részecskék kibocsátását.

1.a Bebizonyítottam, ugyanazon felület több lézerimpulzussal történő ablálása következtében a Teflon céltárgy felülete egyre érdekesebb lesz, és szivacszerű struktúrák alakulnak ki, melyek könnyedén letöredeznek a felszínről [1].

1.b Kimutattam, hogy a mikrométeres méretű részecskék eltávozása nagymértékben függ a céltárgy felületének morfológiájától, az érdekesebb felület nagyobb részecskeszámot eredményez. Teflon ablációja során a leginkább meghatározó szerepe a felület mikroszkopikus érdességének (néhány mikrométer méretű struktúrák) van. Mindez alátámasztotta azt a feltételezést, miszerint az abláció során a vékonyréteg építés szempontjából káros, nem kívánt mikron méretű részecskék kialakulása nagymértékben csökkenthető sima felületű céltárgyak alkalmazásával [1].

2. Feltérképeztem a vákuumban történő abláció folyamatát két, nagy mértékben eltérő hőtani és mechanikai tulajdonságokkal rendelkező fém (ón és bizmut) olvadáskor esetén.

2.a Időfelbontásos vizsgálataim során két, időben jól elhatárolható folyamatot mutattam ki. Plazmaképződéskor (nanoszekundumos időskálán) nagyobb ($>2\ \mu\text{m}$) cseppeket nem tapasztaltam, míg mikroszekundumos időtartományban a több mikrométeres méretű cseppek keletkezését figyeltem meg [2].

2.b Bebizonyítottam, hogy az abláció során keletkező cseppek mérete és száma az alkalmazott energiasűrűségnek és a minta tulajdonságainak a

függvénye. A bizmut felülete sokkal érzékenyebben reagált a besugárzás hatásaira, mint az óné. Ezt annak tulajdonítottam, hogy adott energiasűrűség esetén a bizmut céltárgyból keltett plazma nagyobb impulzust szállít, mint ón esetén és kevéssel az olvadáspont felett a bizmutnak alacsonyabb a viszkozitása és a felületi feszültsége, mint az ónnak [2].

3. Tanulmányoztam, hogyan függ a polietilén-glikol 1000 normál atmoszférán történő ablációjának folyamata a minta hőmérsékletétől, ezen keresztül halmazállapotától és viszkozitásától.

3.a Kísérleteim során megállapítottam, hogy az abláció során kialakuló plazma és a lökéshullám tulajdonságai nem függenek a céltárgy halmazállapotától [3].

3.b Kimutattam, hogy szilárd céltárgy ablációjakor jelentős volt a részecskéképződés, azonban a minta hőmérsékletét kevéssel az olvadáspont fölé emelve a részecskék száma majdnem két nagyságrenddel, míg maximális méretük körülbelül ötöd részére csökkent [4].

3.c Megállapítottam, hogy az olvadt PEG viszkozitásának 0,04 Pa·s-ról 0,14 Pa·s-ra való növelésével a felszínről kifröccsenő cseppek száma közel egy nagyságrenddel, a cseppek ösztérfogata pedig majdnem három nagyságrenddel csökkent. A vizsgált tartományon a cseppek száma és ösztérfogata is megközelítőleg exponenciális csökkenést mutatott. A cseppek keletkezése a legkevésbé számottevő az olvadáspont közelében volt [4].

3.d A polietilén-glikol 1000 vizsgálata során bebizonyítottam, hogy impulzuslézeres vékonyréteg építés során folyékony halmazállapotú (olvadék) céltárgyat alkalmazva, viszkozitását a lehető legnagyobb

értéken tartva (kevés az olvadáspont felett) nagymértékben csökkenthető a kibocsátott cseppek száma [4].

4. Megvizsgáltam, hogy polietilén-glikol 1000 ablációja során, forgatható céltárgy alkalmazásával a kerületi sebesség függvényében milyen mértékben különíthetők el egymástól a különböző mérettartományba eső részecskék. Méréseink alapján az atomi és molekuláris részek kezdeti sebessége 8700 m/s, a mikrométeres mérettartományba eső részecskéké pedig 30 m/s volt.

4.a Kimutattam, hogy a forgásirányt pozitív iránynak tekintve, álló céltárgy esetén a mikron méretű részecskék mozgásiránya a céltárgy normálisához viszonyítva $\pm 65^\circ$ közé esett, majd a kerületi sebesség növelésével ez mindinkább pozitív irányba tolódott el. 36,4 m/s kerületi sebesség esetén már minden részecske mozgásirányának a normálissal bezárt szöge nagyobb volt, mint -10° , ami azt jelenti, hogy PLD során a vékonyréteg területének majdnem a fele gyakorlatilag szennyező részecskéktől mentessé tehető [5].

4.b Bebizonyítottam, hogy megfelelő kerületi sebességű céltárgyat alkalmazva a szennyező, nagy méretű részecskék elkülöníthetők az anyagfelhő többi részétől lehetővé téve homogénebb vékonyrétegek létrehozását [5].

5. Az értekezés alapját képező, nemzetközi, referált szakfolyóiratokban megjelent publikációk

- 1 T. Smausz, N. Kresz, B. Hopp: *Target morphology dependence of the particulate generation during excimer laser ablation of polytetrafluoroethylene*, Appl. Surf. Sci. **177**, 66-72 (2001)

- 2 Zs. Tóth, B. Hopp, T. Smausz, Z. Kántor, F. Ignác, T. Szörényi, Zs. Bor: *Excimer laser ablation of molten metals as followed by ultrafast photography*, Appl. Surf. Sci. **138-139**, 130-134 (1999)
- 3 B. Hopp, T. Smausz, E. Tombác, T. Wittmann, F. Ignác: *Solid state and liquid ablation of polyethylene-glycol 1000: temperature dependence*, Opt. Com. **181**, 337-343 (2000)
- 4 T. Smausz, B. Hopp, Cs. Vass, Z. Tóth: *Experimental study on droplet generation during excimer laser ablation of polyethylene glycol 1000*, Appl. Surf. Sci. **168**, 146-149 (2000)
- 5 B. Hopp, N. Kresz, Cs. Vass, Z. Tóth, T. Smausz, F. Ignác: *Spatial separation of fast and slow components of pulsed laser plumes*, Appl. Surf. Sci. **186**, 298-302 (2002)