



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

TVORBA NANOSTRUKTUR POMOCÍ
FOKUSOVANÉHO IONTOVÉHO SVAZKU
FABRICATION OF NANOSTRUCTURES USING FOCUSED ION BEAM

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

RADKO BARTOŠ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

ING. MIROSLAV KOLÍBAL, PH.D.

BRNO 2011

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav fyzikálního inženýrství

Akademický rok: 2010/2011

ZADÁNÍ BAKALÁRSKÉ PRÁCE

student(ka): Radko Bartoš

který/která studuje v **bakalářském studijním program**

obor: **Fyzikální inženýrství a nanotechnologie (3901R043)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce :

Tvorba nanostruktur pomocí fokusovaného iontového svazku

v anglickém jazyce:

Fabrication of Nanostructures Using Focused Ion Beam

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Fokusovaný iontový svazek (FIB) je v současnosti hojně využívaný nástroj pro tvorbu nanostruktur. To je možné pomocí depozice za asistence iontu (zpravidla kovové nanostruktury) nebo využitím tzv. nanoobrábení.

Cílem bakalářské práce:

- 1) Rešerše odborné literatury na dané téma.
- 2) Tvorba nanostruktur pro aplikace spadající do projektu řešených na ÚFI – selektivní rust, plazmonika.
- 3) Studium vlivu iontového svazku na substrát – experimentální práce podpořená počítačovou simulací.

Seznam odborné literatury:

[1] Utke I., Hoffmann P., Melngailis J.: Gas-assisted focused electron beam and ion beam processing and fabrication. J. Vac. Sci. Technol. B 36 (2008), 1197-1276.

[2] Ampere A. Tseng: Recent Developments in Nanofabrication Using Focused Ion Beams. Small (2005), 924-939.

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Miroslav Kolíbal, Ph.D.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2010/2011.

V Brně, dne 19.11.2010

L.S.

prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.
Ředitel ústavu

Prof.RNDr. Miroslav Doupovec, CSc
Děkan fakulty

Abstrakt

Tato bakalářské práce se zabývá problematikou obrábění iontovým svazkem. Jsou představeny přístroje, které se pro tuto metodu používají, a možnosti různých druhů nastavení počátečních podmínek, které mají za následek odlišný výsledný tvar nanostruktur. V práci je popsána metodika tvorby a měření vytvořených nanostruktur. Ze získaných výsledků jsou odvozena vhodná nastavení iontového svazku tak, aby získané nanostruktury měly požadovaný tvar.

Klíčová slova

FIB, ionty, nanostruktury, odprašování

Abstract

This bachelor's thesis deals with the ion-beam milling. Focused ion beam instrument is presented, as well as possibilities of initial setup conditions, which finally result in different nanostructures' shapes. In the thesis the methodology of fabrication and analysis of the nanostructures is described. Ideal ion beam setup conditions were deduced so that the nanostructures are of requested shape.

Keywords

FIB, ions, nanostructures, sputtering

Bibliografická citace

BARTOŠ, Radko. *Tvorba nanostruktur pomocí fokusovaného iontového svazku: bakalářská práce*. Brno, 2011. 28 s., Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav fyzikálního inženýrství. Vedoucí bakalářské práce Ing. Miroslav Kolíbal, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci zpracoval/a samostatně a že jsem uvedl/a všechny použité informační zdroje.

V Brně dne

.....

podpis autora

Poděkování

Na tomto místě bych chtěl poděkovat především své rodině, která mě neustále podporovala a díky ní, jsem mohl studovat. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Miroslavu Kolíbalovi, Ph.D. za čas, který mi obětoval. Perfektně mě seznámil a vysvětlil problematiku iontového obrábění.

Můj dík také patří Ústavu fyzikálnímu inženýrství VUT Brno, které mi dodalo znalosti a zapůjčilo mi přístroje ke zpracování mé bakalářské práce. Nemohu vynechat firmu FEI Company, která mi zapůjčila přístroj na výrobu nanostruktur a pomohla mi, když mi bylo nejhůře.

Obsah

1. Úvod.....	9
2. Experimentální zařízení	10
2.1 Fokuseovaný iontový svazek.....	10
2.2 Jevy při dopadu iontů na povrch pevné látky	11
2.3 Mikroskop atomárních sil	14
3. Metodika experimentu	15
3.1 Postup výroby preparátu	15
3.2 Měření a vyhodnocení vzorku na AFM.....	16
4. Experimentální výsledky	18
4.1 Mechanismy vad.....	18
4.2 Parametr překrytí	19
4.3 Parametr doba prodlevy	20
4.4 Proud a urychlovací napětí	21
4.5 Rastrovací strategie.....	23
5. Závěr	28
6. Použitá literatura	29

1. Úvod

Tato bakalářská práce se zabývá v dnešní době aktuální tematikou použití iontového svazku v oblasti nanotechnologií. V současnosti se fokusované iontové svazky využívají v mikroelektronice pro opravu masek, plošných spojů, nanášení tenkých vrstev atd. Dalším odvětvím, kde se využívá těchto zařízení, je výroba vzorků pro transmisní elektronovou mikroskopii. Tato práce má za úkol lépe porozumět tematice interakce iontových svazků a zkoumat vliv nastavení přístroje na tvar vytvořených nanostruktur. Tato zařízení využívají ionty k obrábění povrchu nebo depozici materiálu. Při práci byl používán fokusovaný iontový svazek (tzv. FIB) s ionty Ga^+ .

Iontový zdroj je používán nejčastěji k nanoobrábění, kdy svazek iontů narušuje povrch tak, že vyráží atomy vzorku. V kapitole 2 jsou popsány jevy, které vznikají při srážce iontu s povrchem a jejich využití v oblasti nanotechnologií. Procesy, probíhající při nanoobrábění mohou být redepozice, implantace iontů a pro tuto práci nejpodstatnější odprašování. Dále jsou v kapitole 2 popsány přístroje a programy, které byly použity k vyhodnocování vytvořených struktur.

Práce popisuje základní počáteční podmínky (nastavení parametrů iontového svazku a rastrování) a vyvodit z nich nejvhodnější nastavení pro nanoobrábění. V praktické části (kapitola 3) jsou shrnuty vlastní experimentální výsledky se zpracovanými grafy a komentáři. Byla vybrána pouze ta specifická nastavení, která vedou k odlišným tvarům vytvořených nanostruktur. Mezi tyto nastavení patří například změna urychlovacího napětí a proudu, doba prodlevy svazku na místě a volba rastrovací strategie. Jako hlavní základní struktury byly voleny díry čtvercového a kruhového průřezu, které byly vytvářeny do krystalického křemíku.

2. Experimentální zařízení

2.1 Fokusovaný iontový svazek

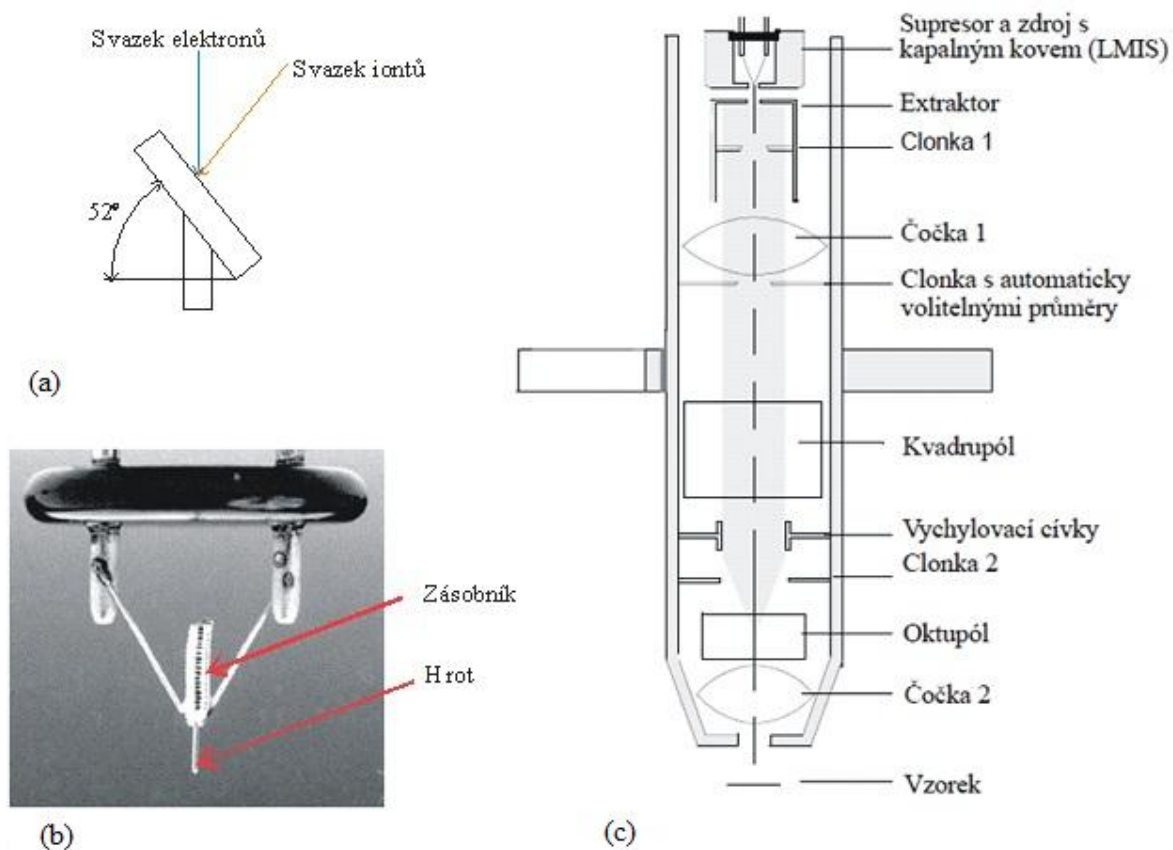
Zařízení s fokusovaným iontovým svazkem je součástí elektronového mikroskopu (tzv. dual beam). Elektronový tubus je obvykle umístěn přímo kolmo na vzorek, zatímco iontový tubus bývá umístěn z boku mikroskopu (viz Obr. 1(a)). Toto nemusí platit vždy, vyskytují se i mikroskopy pouze s iontovým tubusem. Iontových svazků se nejčastěji používá v polovodičovém průmyslu a v materiálových vědách, například pro opravu obvodů, masek pro optickou litografii, výrobu vzorků pro transmisní elektronové mikroskopy (Transmission electron microscopy - TEM) [1] atd. Pomocí iontů lze obrábět povrch, přidávat materiál při depozici z plynné fáze či implantovat ionty přímo do vzorku.

Existuje mnoho typů iontových zdrojů. Mohou to být například elektronově-srážkové, plazmové iontové zdroje, vysokofrekvenční iontové zdroje, iontové zdroje s povrchovou ionizací a autoemisní iontové zdroje [2]. Pro iontovou mikroskopii se nejčastěji používají autoemisní zdroje iontů Ga^+ .

Tento typ zdroje využívá k tvorbě iontů silného elektrického pole, které je v okolí vodivého hrotu. Hrot je pokryt buď kapalným kovem (liquid metal ion source – LMIS), nebo je obklopen plynem (gas field ion source – GFIS). Na Obr. 1(b) je vidět provedení Ga^+ iontového zdroje se zásobníkem.

Nejčastěji používaným zdrojem iontů je zdroj s kapalným kovem. Tento zdroj využívá jehlu s hrotem (nejčastěji wolfram), poloměr hrotu je řádově v μm . Na tomto hrotu je kapička kapalného kovu. Obvykle to bývá materiál, který má nízkou teplotu tání a malou tenzi par. Těmto požadavkům nejlépe odpovídá galium (teplota tání $29,5\text{ }^\circ\text{C}$), slitiny zlata, india a iridia [2].

Hrot se zásobníkem se vyhřeje na pracovní teplotu průchodem proudem. Ze zásobníku se uvolní galium, které steče na špičku hrotu. V blízkém okolí hrotu je extrakční elektroda, která vytváří elektrické pole. Vlivem vysokých hodnot elektrické interzity pole v okolí hrotu se povrch kapalného kovu zvedne do kužele. Na konci kužele je pole nejsilnější a dochází zde k emisi iontů [2]. Jelikož emise iontů nevychází z bodového zdroje, musí být usměrněna a kolimována. Toho je docíleno clonkami a čočkami uvnitř iontového tubusu. Na Obr. 1(c) je schéma iontového tubusu.

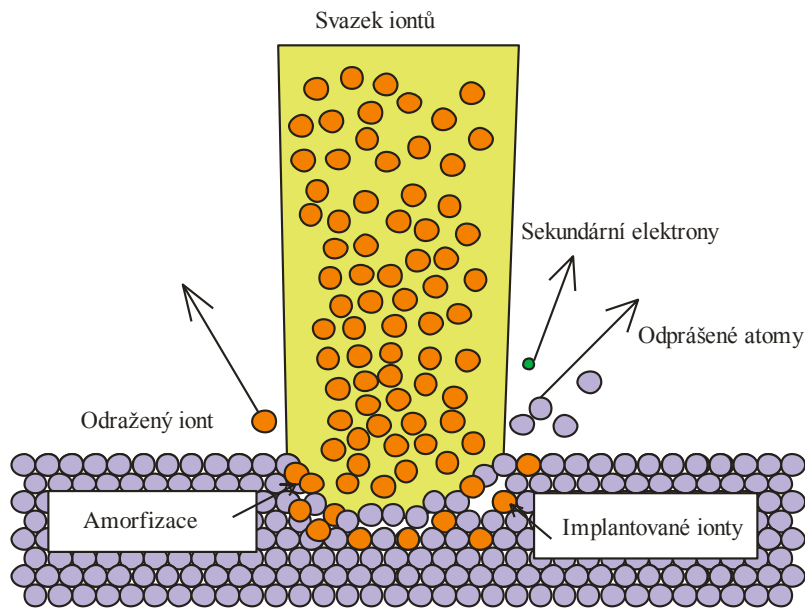


Obr. 1. (a) Schéma naklonění stolku a místo dopadu svazků. (b) Ga iontový zdroj (LMIS) se zásobníkem. Převzato z [3]. (c) Schéma iontového tubusu. Převzato z [3].

Po extrakci urychlené ionty proletí clonkou 1, která ořezává svazek. Čočka 1 svazek zfokusuje do následující clonky, která má volitelný průměr. Změnou velikosti průměru clonky se nastavuje velikost proudu. Odtud svazek prochází na kvadrupól (pokud ho daný typ iontového tubusu obsahuje), který slouží k centrování svazku. Vystředěný svazek v ose tubusu pokračuje dále na vychylovací cívký. Tyto cívký slouží k vychylování svazku na clonku 2. Také umožňují pohyb svazku po vzorku, aniž by byl vzorek exponován. Od clonky svazek směřuje na oktapól, jež se používá k rastrování. Čočka 2 slouží k fokusaci svazku na vzorek.

2. 2 Jevy při dopadu iontů na povrch pevné látky

Při interakci iontů s povrchem nastávají různé fyzikální jevy. Základním parametrem iontového svazku je kinetická energie iontů. Ta je dána urychlovacím napětím. Dopadne-li iont na povrch materiálu s energií natolik nízkou, že nevyrazí atom prvku, předá mu část své kinetické energie (to se projeví zahřáním povrchu) a může se odrazit zpět do prostoru. Dále může kaskádovitě narážet na atomy ve vzorku tak dlouho, dokud jim nepředá všechnu svou kinetickou energii. Tyto kaskádovité srážky mohou probíhat jak uvnitř materiálu, tak i na jeho povrchu. Nakonec se iont usadí uvnitř materiálu (implantace). Na Obr. 2 jsou tyto procesy znázorněny. Pro obrábění iontovým svazkem je nejdůležitějším procesem odprašování.

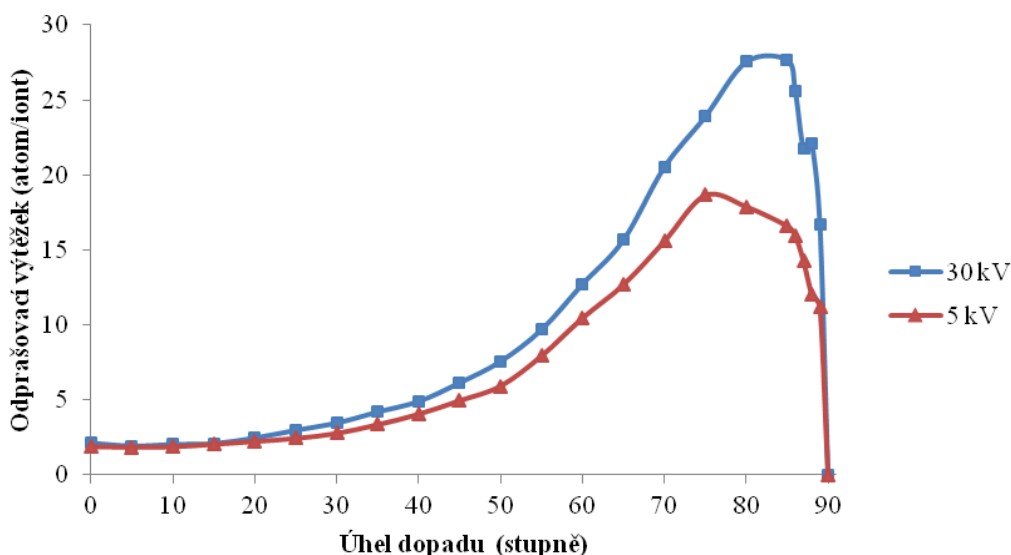


Obr. 2. Obrábění iontovým svazkem. Na vzorek dopadá iontový svazek a při interakci iontů s povrchem dochází k následujícím jevům: (a) amorfizace; atomy vzorku jsou vyraženy ze svých rovnovážných pozic; (b) implantovaný iont, který je usazen ve vzorku; (c) odprášené atomy a odražené ionty, které opouštějí povrch vzorku a jsou zachyceny v komoře nebo vakuové pumpě; (d) sekundární elektrony, které jsou detekovány v detektoru. Podle [1].

a) Odprašování

Má-li iont dostatečně velkou energii při dopadu na povrch, může vyrazit jeden nebo více atomů ze vzorku. S rostoucí energií mohou ionty snadněji pronikat do materiálu a zde se nakonec zastaví. Pro odprašování je charakteristická veličina odprašovací výtěžek. Tato veličina udává počet atomů vyražených z materiálu na jeden dopadající iont. Naměřená data se porovnávají počítačovou simulací. Jeden z mnoha simulačních programů je SRIM [7] (Stopping and Range of Ion in Matter). Tento program využívá metody Monte Carlo pro výpočty dosahu iontů při různých energiích, odprašovacího výtěžku, velikost poškození vzorku, iontová implantace, odprašování atd. Pomocí tohoto programu lze také vypočítat závislosti odprašovacího výtěžku na energii iontů, druhu materiálu vzorku a také na úhlu dopadu iontů [1].

Na Obr. 3 je uvedena závislost odprašovacího výtěžku na úhlu dopadu pro dvě urychlovací napětí. Úhel dopadu je měřen od kolmice k povrchu vzorku. Je patrné, že zvyšuje-li se úhel dopadu iontu na vzorek, je odprašovací výtěžek vyšší při větších úhlech. Při úhlu dopadu v rozmezí 80-90°, dochází ke zlomu a odprašovací výtěžek začne klesat. To je dáno tím, že se zvětšujícím se úhlem stoupá počet odražených iontů od povrchu materiálu. Je vidět, že pro vyšší energii iontů je odprašovací výtěžek větší. Tyto výsledky se shodují s výsledky uvedenými v [1].



Obr. 3. Graf závislosti odprašovacího výtěžku na úhlu dopadu od kolmice k povrchu vzorku pro urychlovací napětí 5 kV (červeně) a pro 30 kV (modře). Data v grafu byla vypočítaná pomocí programu SRIM. Graf porovnává dvě napětí použitá v této práci.

b) Redepozice a amorfizace

Jak bylo již uvedeno výše, odprášené atomy opouštějí povrch vzorku. Některé zůstávají ve vakuové komoře mikroskopu, jsou odčerpány a některé se nadeponují do již odprášené oblasti. Uvažujme případ, že odprášená struktura má uprostřed výstupek. Během odprašování tohoto výstupku existuje nenulová pravděpodobnost, že odprášené atomy se zachytí na stěně struktury. Bylo zjištěno [1,4], že redepozice může být ovlivňována počtem průchodů iontového svazku. Při vícenásobném průchodu svazku je tvar profilu struktury přesnější, než při jednonásobném pro stejné množství iontů. Tato problematika bude probrána v kapitole 3.5. V případě vícenásobného průchodu každý následný průchod odstraní již nadeponovaný materiál z předchozího průchodu. Ve skutečnosti redepozice není ovlivněna jen způsobem odprašování (počtem průchodů), ale také tvarem struktury, energií odprášených atomů a koeficientem přilnutí. Protože velké množství atomů může být odčerpáno vakuovou pumpou nebo nadeponováno mimo odprášenou oblast, je těžké předpovídat výsledný tvar odprášeného profilu struktury.

I když energie iontů není dostatečně velká na odprašování, může nastat amorfizace v oblasti dopadu iontů, a to může u některých vzorků vést ke zvětšení objemu exponované části. Například bombardujeme-li krystalický křemík ionty Ga^+ , je velikost dávky iontů, kdy dochází k amorfizaci, 10^{15} iontů/ cm^2 [1,4].

Pokud nepřekročíme toto množství iontů, převažuje amorfizace. Je-li udaná hodnota překročena, začne převládat odprašování. Při amorfizaci jsou dopadající ionty zastaveny ve vzorku poté, co způsobí kolizní kaskádu. Atomy vzorku jsou po vyražení umístěny v blízkosti své dřívější pozice. Tím dochází k amorfizaci vzorku, což vede v místě expozice ke vzniku konvexního povrchu (výstupek na povrchu). To je způsobeno tím, že objemová hustota amorfního křemíku je menší než krystalického.

2.3 Mikroskop atomárních sil

Mikroskop atomárních sil funguje na principu měření atomárních sil mezi hrotem a povrchem vzorku. Velikost a charakter této síly závisí na vzdálenosti hrotu a povrchu. Při větší vzdálenosti hrotu od povrchu se projevuje přitažlivá van der Waalsova síla, která při zmenšování vzdálenosti roste. V malé vzdálenosti od povrchu začne převládat odpudivá síla, která částečně vychází z Pauliho vylučovacího principu [6]. Mikroskop se skládá z hrotu, detekčního systému a rastrovací jednotky. V této práci byl používán tzv. kontaktní mód. Při tomto módu je s hrotem rastrováno po povrchu vzorku. Mezi hrotem a vzorkem převažuje odpudivá interakce. Nevýhodou tohoto módu je, že je obtížné měřit mechanicky méně odolné vzorky. Také tření mezi hrotem a materiálem může vyvolat parazitní signály.

Představme si rastrovanou plochu jako síť. Hrot se pohybuje po vzorku a v každém bodě řádku snímá hodnotu vychýlení raménka. Přijede-li na konec řádku, vrátí se zpět do původní polohy. Je možné získat obraz i při zpětném pohybu. Toto je výhodné pro kontrolu, neboť oba obrazy by měly být stejné.

Důležitou volbou při nastavení AFM je velikost rastrovaného pole. Rastrování je prováděno pomocí piezo-keramiky. Maximální velikost rastrované plochy v použitém přístroji je $120 \mu\text{m}^2$.

3. Metodika experimentu

V této kapitole bude popsán postup výroby struktur na vzorku pomocí elektronového mikroskopu s iontovým tubusem a následné měření na mikroskopu atomárních sil.

3.1 Postup výroby preparátu

Na křemíkovou destičku rozměrů $1 \times 1 \text{ cm}^2$ byl diamantovým hrotem vyryt orientační kříž. Destička byla umístěna do elektronového mikroskopu, který byl vybaven iontovým tubusem. Po vyčerpání komory je nutné nalézt orientační kříž a provést proceduru nastavení iontového svazku. Tato procedura se provádí proto, že svazek elektronů dopadá přímo kolmo na povrch vzorku, přičemž iontový tubus je umístěn na boku mikroskopu (viz Obr. 1(a)). Úkolem této procedury je nastavit polohu vzorku tak, aby oba svazky dopadaly do stejného místa.

Pokud není poloha správně nastavena, obraz získaný pomocí iontů nesouhlasí s obrazem získaným elektrony. Postup je následující: vybere se nějaké záchytné místo, nejlépe střed kříže. Stolek se vzorkem se vychýlí o 52° kolmo k iontovému tubusu a pomocí posuvu stolku v ose z, se nastaví obraz do původní polohy (středu kříže). Stolek se vrátí do vodorovné polohy. Pokud je poloha správně nastavena, orientační bod (střed kříže) by se při otáčení vzorkem neměl posunout o více než $5 \text{ }\mu\text{m}$. Pro práci s ionty se nakonec stolek opět vychýlí zpět o 52° . Po srovnání obrazů by mělo být vidět přibližně stejné místo jak pro obraz vytvořený elektrony, tak pro obraz vzniklý za pomoci iontů.

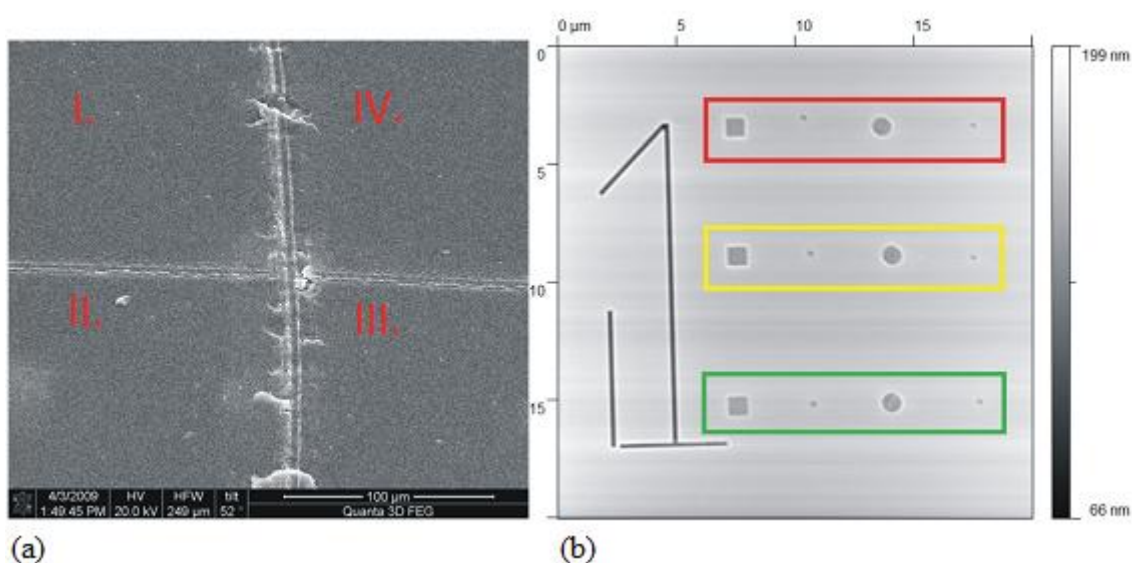
Volbou kříže vzniknou čtyři kvadráty, do kterých je snadné vytvořit struktury a při dalším měření, které bude popsáno, poslouží k lepší orientaci při hledání struktur na vzorku. Za první kvadrát byla zvolena levá horní část vzorku a další proti směru hodinových ručiček (viz Obr. 4(a)). Nejprve byl zvolen vhodný orientační bod (střed kříže), zapnut iontový svazek a zaostřen obraz při prvních počátečních podmínkách, tj. pro urychlovací napětí 30 kV a proud 10 pA . Toto bylo provedeno mimo pracovní plochu, kde je možné povrch narušit, jelikož při větším zvětšení, které je vyžadováno pro tyto experimenty, by se ionty odprášila část sledovaného povrchu. Poté je hledána pomocí obrazu elektronů vhodná oblast pro vytvoření struktur. Tato oblast nesmí obsahovat žádné nečistoty, popřípadě vady povrchu.

Pomocí programu, který mikroskop s iontovým tubusem ovládá, je možné vytvořit struktury různých tvarů. Pro výrobu (obrábění) byly vybrány struktury tvaru čtverce s délkou strany $1 \text{ }\mu\text{m}$ a 300 nm a kruhy o průměru $1 \text{ }\mu\text{m}$ a 300 nm . Pro všechny struktury byla zvolena stejná hloubka 20 nm . Pro lepší orientaci při pozdější práci na AFM mikroskopu se vytvářela do každého kvadrátu určitá značka, která slouží k identifikaci počátečních podmínek, při kterých byly struktury vytvářeny. Kromě energie iontů, proudu svazku a rastrovací strategie byl měněn i parametr doba prodlevy, který patří také mezi počáteční podmínky. Doba prodlevy udává, jak dlouho se svazek iontů bude zdržovat na daném místě. Příklad vytvořených struktur je na Obr. 4(b).

V Tab. 1 jsou uvedeny základní parametry svazku, které byly použity při vytváření struktur. Pro každou hodnotu napětí a proudu je přiřazena hodnota velikosti poloměru svazku, která byla odečtena z programu, kterým se mikroskop ovládá. Pomocí programu SRIM byla vypočtena hodnota odprašovacího výtěžku pro dvě urychlovací napětí. Tato hodnota je pro kolmý dopad iontů na plochu vzorku.

Tab. 1. Základní parametry iontového svazku, pološířka svazku byla odečtena z programu ovládající mikroskop a odprašovací výtěžek byl vypočítán v programu SRIM pro kolmý úhel dopadu.

Energie iontu (keV)	Proud (pA)	Pološířka svazku (nm)	Odprašovací výtěžek (atom/iont)
30	1.5	7	2,142
30	10	13	2,142
5	1.3	27	1,882



Obr. 4. (a) Náhled na orientační kříž s vyznačenými sektory pro obrábění. (b) Odprašené nanostruktury s orientační značkou, červená – doba prodlevy 10 μs , žlutá – doba prodlevy 1 μs , zelená – doba prodlevy 0,1 μs .

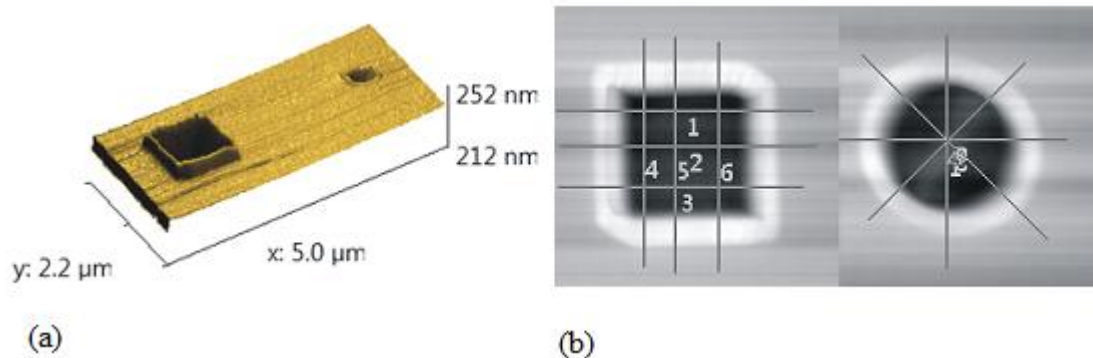
V dalších kvadrátech byla vždy pozměněna orientační značka a nastaveny jiné počáteční hodnoty urychlovacího napětí a proudu.

3.2 Měření a vyhodnocení vzorku na AFM

Po vytvoření struktur pomocí iontů byly hotové vzorky se strukturami měřeny na AFM mikroskopu (tj. profily vytvořených struktur). Jelikož maximální velikost rastované plochy je dosti malá ($100 \times 100 \mu\text{m}$), je velmi obtížné nalézt místo, kde se struktury nacházejí. Práci ulehčují značky, viz předchozí text. Pro hledání struktur byla použita větší rychlost rastování. Poté co bylo nalezeno místo se strukturami, byla zmenšena rychlost rastování, velikost rastované plochy a zvětšeno rozlišení. Tento postup byl dodržen při měření všech vzorků.

Po naměření všech struktur na AFM mikroskopu bylo třeba data analyzovat. K tomuto účelu byl použit program Gwyddion [7]. Například na Obr. 5(a) lze vidět 3D zobrazení struktur. Se získanými obrázky byla prováděna pouze jediná operace, a to vyrovnání dat odečtením střední roviny. Data získaná z Gwyddionu byla naimportována do programu Microsoft Excel 2007. Zde z několika změřených profilů (pro čtverec tři a pro kruh čtyři, viz

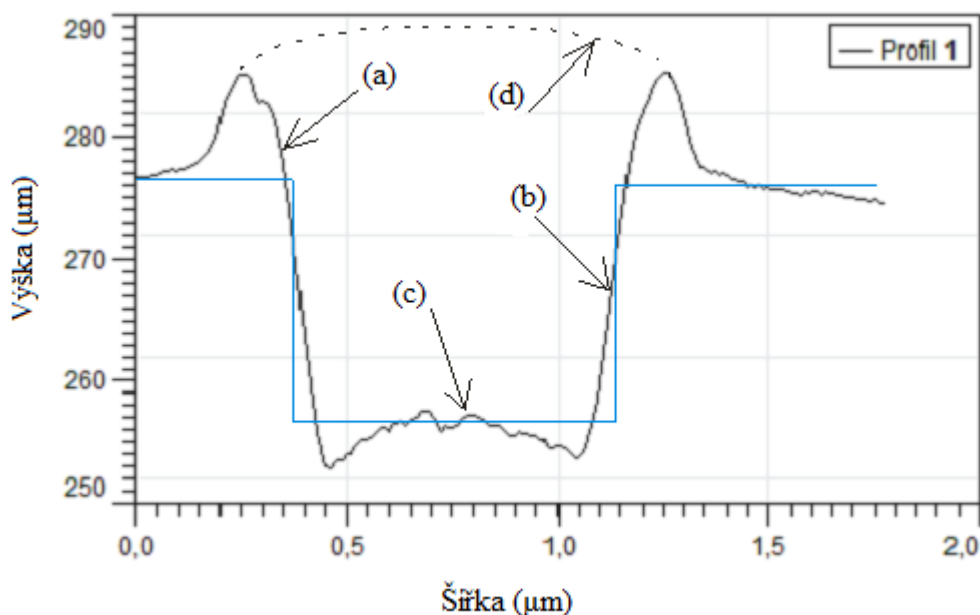
Obr. 5(b) byla vypočítána průměrná hodnota. Jako tip grafu byl zvolen bodový s vyhlazenými spojnicemi. Jelikož možností počátečního nastavení iontového mikroskopu je hodně, vzniklo tímto postupem velké množství grafů. Lze porovnávat: proudy, urychlovací napětí, dobu prodlevy, atd. V následující experimentální části budou porovnávány některé získané profily struktur vytvořených za různých počátečních podmínek nastavení iontového svazku.



Obr. 5. (a) 3D náhled na struktury (malý a velký čtverec). (b) Schematické znázornění měření profilů struktury velikosti 1 μm v programu Gwyddion.

4. Experimentální výsledky

Jak již bylo v úvodu řečeno, cílem této bakalářské práce je porovnávat vytvořené struktury a vybrat nejvhodnější podmínky pro co nejpřesnější obrábění. Na Obr. 6 je vidět jeden z vyhodnocovaných profilů.



Obr. 6. Profil čtvercové díry o straně 1 μm a hloubce 20 nm. Modře je zobrazen ideální profil. Vyznačené rozdíly skutečného profilu od ideálního: (a) vyvýšeniny na okraji struktury, (b) zkosení stěny, (c) vyvýšenina dna. Jako (d) je naznačen konvexní povrch po amorfizaci, předtím než začne převažovat odprašování.

Z Obr. 6 je patrné, že profil nevypadá tak, jak by bylo očekáváno. Struktura nemá kolmé stěny, dno kráteru není rovné a navíc na horních okrajích kráteru vznikají vyvýšeniny. Mechanismy vzniku těchto vad jsou diskutovány v další kapitole.

4.1 Mechanismy vad

V této části jsou diskutovány mechanismy vad, které vznikají při obrábění iontovým svazkem.

a) Vyvýšeniny na okrajích kráteru

Mohou vznikat především dvěma způsoby. Nejčastěji vnikají tak, že při dopadu malého množství iontů se materiál nejdříve začne amorfizovat, dojde k vytvoření konvexního povrchu (viz Obr. 6) a teprve poté začne proces převládat odprašování. Vyvýšeniny jsou tedy pozůstatkem po tomto procesu.

Dalším faktorem podílejícím se na tvorbě vyvýšenin je, že odprašené atomy z kráteru nevyletí do komory, ale nadeponují se na okraj kráteru. Čím je větší hloubka kráteru a menší

šířka, tím více atomů se nadeponuje. Oba procesy spolu souvisí. Mechanismem redepozice vzniká i další vada, a to je zkosení hrany kráteru.

b) Zkosení stěny kráteru

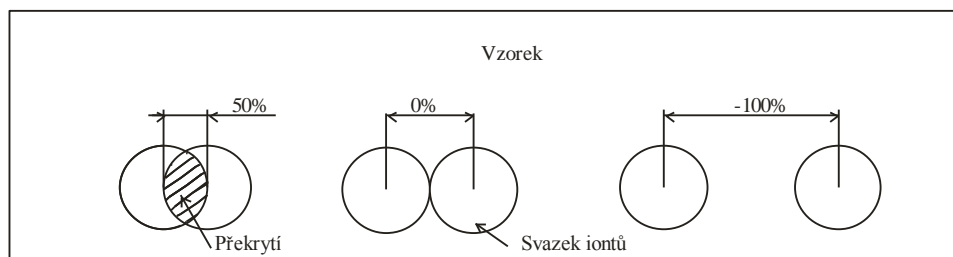
Tato vada vzniká odprašováním dna a stěn kráteru, když se vyletující atomy nadeponují na stěnu kráteru. Čím je úhel zkosení stěny kráteru menší, tím spíše se dopadající ionty odráží od povrchu, aniž aby jej odprašovaly (viz Obr. 3). Profil je také ovlivněn nepřesností měření na mikroskopu atomárních sil, jelikož hrot má konečné rozměry.

c) Vyvýšenina dna kráteru

Může být pozůstatkem po amorfizaci, ale častěji vzniká tak, že odražené ionty od stěny vytvářejí na krajích kráteru větší prohlubně, následně vyražené atomy vzorku jsou deponovány do středu kráteru. Tato vada je také závislá na výběru rastrovací strategie, jak bude ukázáno v následujícím textu.

4.2 Parametr překrytí

Prvním důležitým parametrem, který lze měnit, je parametr překrytí, který charakterizuje pohyb svazku po materiálu, viz Obr. 7. Jelikož se iontový svazek při odprašování po vzorku pohybuje s diskretním krokem, je nutné udat vzdálenost mezi prvním místem, kde dopadající svazek vyhloubil díru o průměru velikosti svazku a místem, kde bude vytvářena další díra. Parametr překrytí tedy v podstatě udává velikost posunutí. Hodnota překrytí se udává v procentech. Pro každé nastavení proudu a urychlovacího napětí je jiný průměr svazku. Například pro urychlovací napětí 30 kV při proudu 10 pA byl průměr svazku 13 nm, u urychlovacího napětí 5 kV a proudu 1,3 pA byl průměr svazku 27 nm. V této práci byla používána standardní optimalizovaná hodnota pro obrábění iontovým svazkem a to překrytí 50%. Tento parametr tedy byl konstantní a jeho vliv na výsledný tvar struktur nebyl zkoumán.

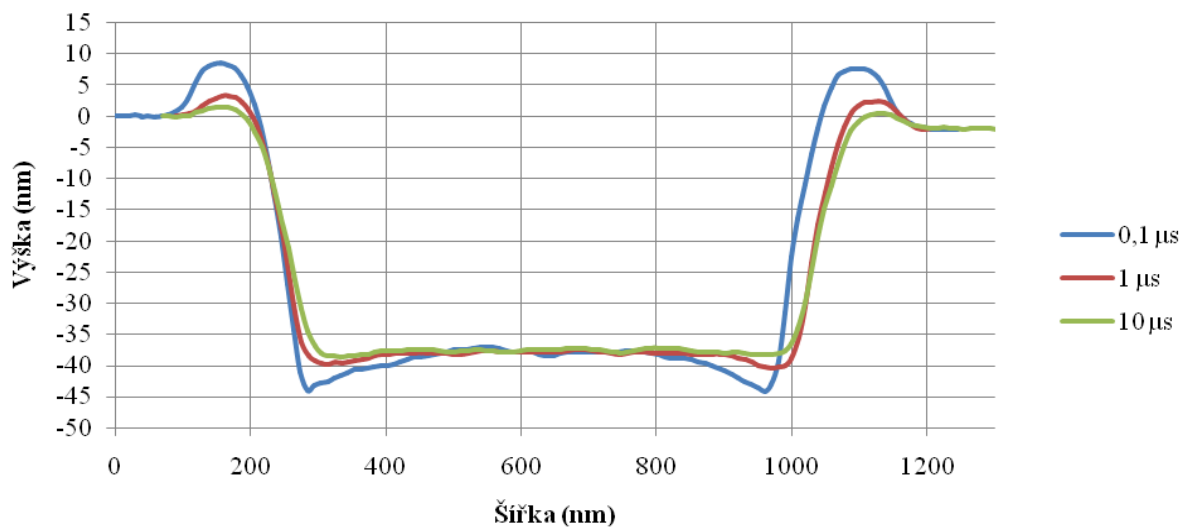


Obr. 7. Obrázek zobrazuje funkci parametru překrytí, který charakterizuje pohyb svazku po vzorku.

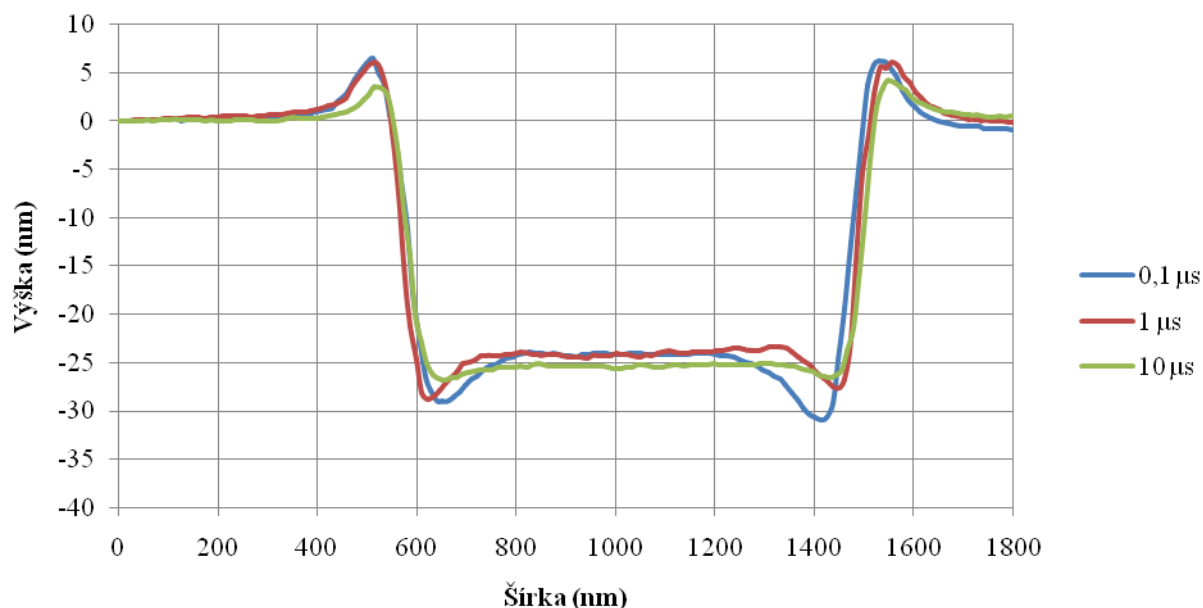
4.3 Parametr doba prodlevy

Doba prodlevy udává, jak dlouho se svazek iontů bude zdržovat na daném místě. Na grafech níže je vidět, jak se se změnou parametru doby prodlevy měnil celkový profil struktur. Pro všechny struktury bylo nastaveno urychlovací napětí 30 kV při proudu 10 pA. Dobou prodlevy je také ovlivňován počet průchodů svazku. Například pro případ z Obr. 8 při době prodlevy 0,1 μs je počet průchodů svazku 5500, přičemž pro 10 μs je počet průchodů stonásobně menší, tedy 55.

Na Obr. 8 je zobrazen profil struktury o průřezu čtverce. Lze rozpoznat, že při nejvyšší hodnotě doby prodlevy se profil nejvíce blíží ideálnímu tvaru. Dno kráteru je téměř rovné a vyvýšeniny na okrajích kráteru jsou malé. Naopak šířka kráteru je větší a sklon stěn menší než u kratší doby prodlevy.



Obr. 8. Profil struktury o průřezu čtverce o stranách 1 μm pro tři hodnoty parametru doba prodlevy, při urychlovacím napětí 30 kV a proudu 10 pA.



Obr. 9. Profil struktury kruhového průřezu o průměru 1 μm pro tři hodnoty parametru doba prodlevy, při urychlovacím napětí 30 kV a proudu 10 pA.

Další testovanou strukturou byl kruh (Obr. 9). Zkoumaná struktura byla vytvořena stejnou rastrovací strategií jako čtvercová (klasický rastr).

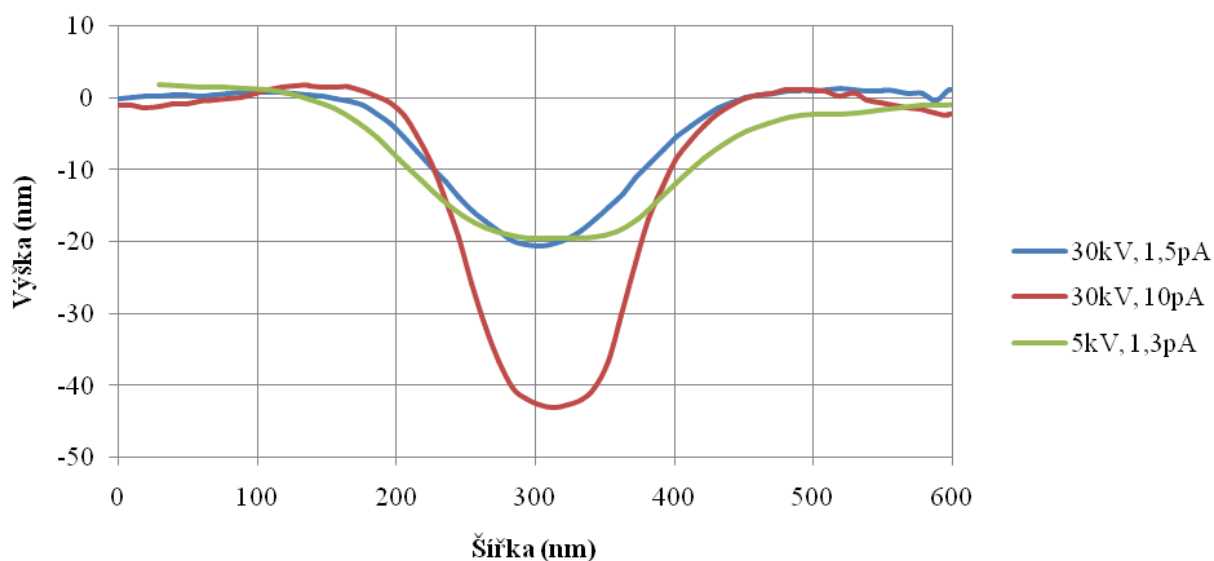
4.4 Proud a urychlovací napětí

Tyto dva základní parametry nelze porovnávat odděleně, neboť s danou velikostí urychlovacího napětí je možné použít pouze určité velikosti proudu. Aby bylo možné porovnávat urychlovací napětí mezi sebou, byly pro každé napětí vybrány proudy, které se od sebe co nejméně liší. Urychlovacímu napětí 30 kV nejlépe odpovídají hodnoty 1,5 pA a 10 pA a urychlovacímu napětí 5 kV proudy 1,3 pA a 7,7 pA. V Tab. 2. jsou prezentovány hodnoty proudu, napětí a času potřebného k vytvoření struktur a k nim vypočteno odpovídající množství iontů potřebných k odprášení odpovídajícího množství materiálu.

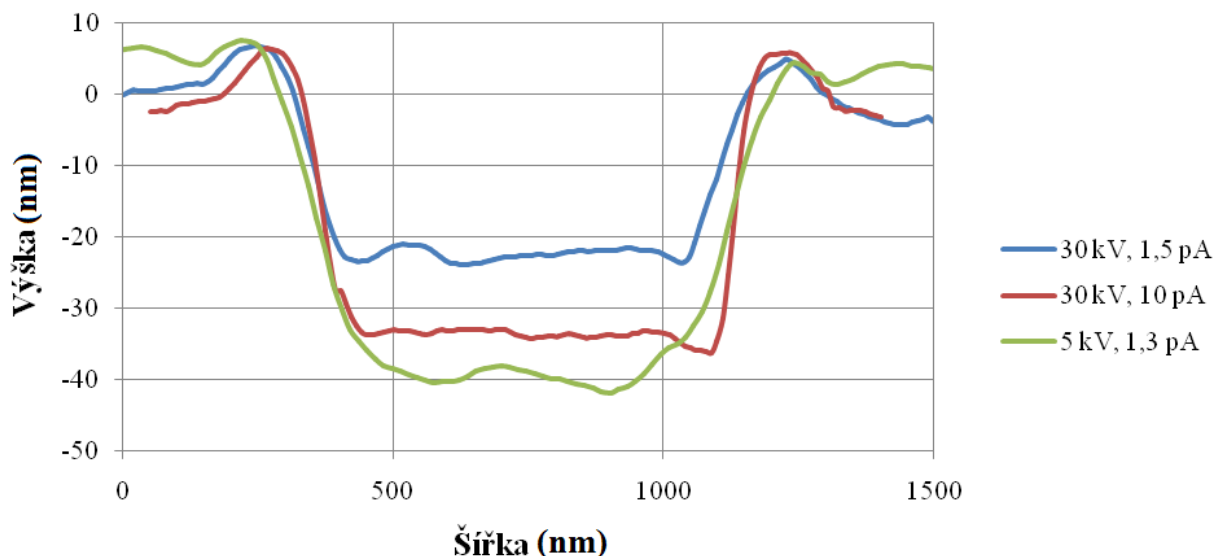
Ze všech analyzovaných dat pro různé nastavení parametrů jsou zde prezentovány pouze grafy, které mají dobu prodlevy 1 μs. Graf na Obr. 10 představuje profily struktur kruhového průřezu připravených při urychlovacím napětí 30 kV, proudu 10 pA a urychlovacím napětí 5 kV a proudu 1,3 pA. Bohužel při práci s preparátem byl vzorek 5 kV, 7,7 pA porušen a nebylo možné ho již změřit a následně porovnávat.

Tab. 2. Čas t potřebný k vytvoření dané struktury pro počáteční urychlovací napětí a proud. Čas byl odečten z programu ovládajícího mikroskop. Hodnota n je vypočítané množství iontů, které byly potřeba k vytvoření požadované struktury pro dané počáteční hodnoty. Dávka je vypočítaná hodnota iontů pro dané počáteční hodnoty vztažená na 1 cm^2 .

	t (s) struktury 1 μm	t (s) struktury 300 nm	n (iont) struktury 1 μm	n (iont) struktury 300 nm	Dávka (iont/ cm^2) struktury 1 μm	Dávka (iont/ cm^2) struktury 300 nm
30 kV, 1,5 pA kruh	69	6	6,46E+08	5,62E+07	8,23E+16	7,95E+16
30kV, 10pA kruh	10	0,984	6,24E+08	6,14E+07	7,95E+16	8,69E+16
5kV, 1,3pA kruh	82	8	6,65E+08	6,49E+07	8,47E+16	9,18E+16
30kV, 1,5pA čtverec	89	8	8,33E+08	7,49E+07	1,06E+17	1,06E+17
30kV, 10pA čtverec	13	1	8,11E+08	6,24E+07	1,03E+17	8,83E+16
5kV, 1,3pA čtverec	105	10	8,52E+08	8,11E+07	1,08E+17	1,15E+17



Obr. 10. Profil struktury kruhového průřezu o průměru 300 nm, při době prodlevy 1 μs pro dvě různá urychlovací napětí a různé proudy.



Obr. 11. Profil struktury kruhového průřezu o průměru 1 μm , při době prodlevy 1 μs , pro dvě různá urychlovací napětí a různé proudy.

Na Obr. 10 lze vidět, že použitím iontů s vyšší energií je šířka a tvar kráteru přesněji definován než pro ionty s menší energií. Svazek iontů o vyšší energii má menší průměr, než svazek s ionty o energii menší viz Tab. 1.

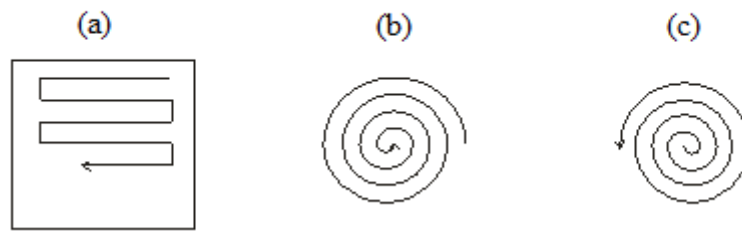
Na Obr. 11 je porovnán vliv proudu svazku na struktuře o průměru 1 μm . Pokud budeme porovnávat proudy při napětí 30 kV, je zde vidět, že pro větší proud je zkosení stěny kráteru větší, i hloubka profilu je větší. To je dáno tím, že při větším proudu má svazek větší proudovou hustotu a dochází k rychlejšímu odprašování.

4.5 Rastrovací strategie

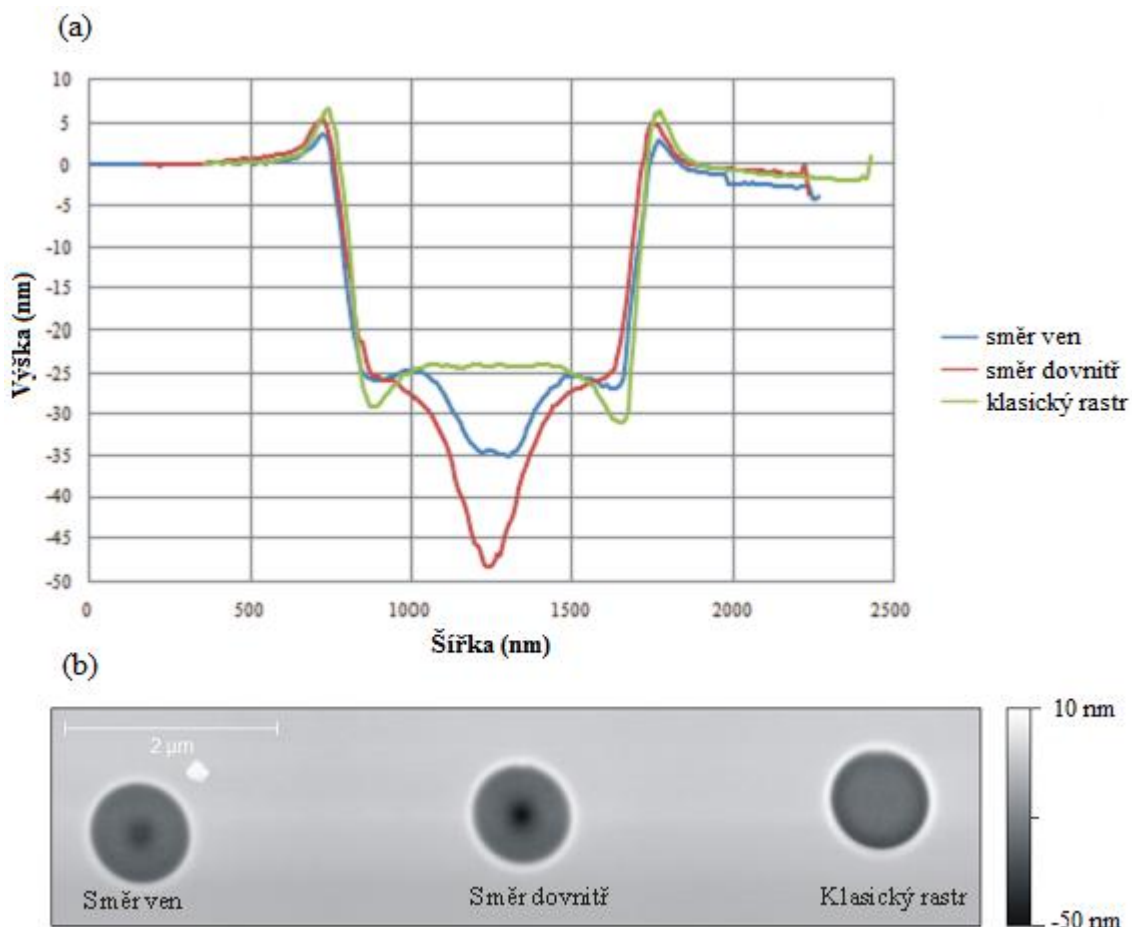
Při vytváření kruhové struktury je možné volit ze tří možných způsobů pohybu svazku po vzorku. Ty jsou zobrazeny na Obr. 12. Tyto druhy rastrovací strategie lze zvolit i pro jednonásobný průchod svazku. Při jednonásobném průchodu je doba prodlevy spočtená tak, aby výsledná struktura měla požadovanou hloubku. Parametrem doba prodlevy se dá ovlivňovat počet průchodů svazku. Při době prodlevy 1 μs svazek za tuto dobu odpraší atomy do hloubky 0,1 nm během jednoho průchodu. Jestliže je doba prodlevy 10 μs , odprašená hloubka je 1 nm (za stejných počátečních podmínek). Tudiž, požadujeme-li hloubku 1 nm, při době prodlevy 10 μs stačí, když projde svazek pouze jednou. Namísto toho při době prodlevy 0,1 μs svazek projde desetkrát. Tento příklad je pouze orientační k objasnění rozdílu mezi profily při různých dobách prodlevy.

Pro tvorbu kruhových struktur, bylo nastaveno urychlovací napětí 30 kV a proud 10 pA pro všechny rastrovací strategie. Předpokládaná hloubka struktur byla vždy 20 nm.

Rastrovací strategie



Obr. 12. Schéma rastrovací strategie. Na obrázku je zobrazen (a) klasický rastr, (b) spirálovitý rast od kraje do středu, (c) spirálovitý rast od středu do kraje.



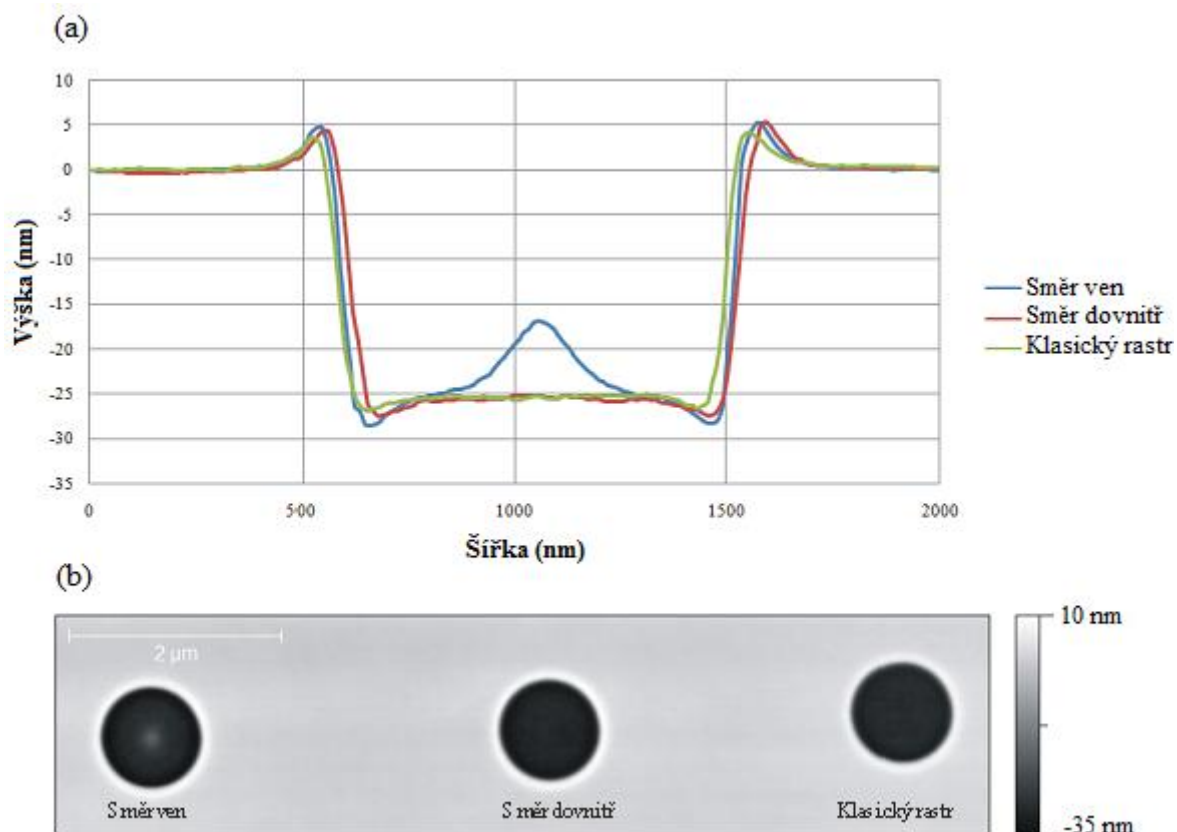
Obr. 13. (a) Profil struktury kruhového průřezu pro dobu prodlevy $0,1 \mu\text{s}$ pro různé rastrovací strategie. (b) obraz vytvořených struktur změřený mikroskopem AFM.

Na Obr. 13 jsou znázorněny profily struktur vytvořených pro dobu prodlevy $0,1 \mu\text{s}$ pomocí tří rastrovacích strategií. U kratší doby prodlevy je známo, že vytvářené struktury mají nepřesně definované tvary, protože čas prodlevy je příliš krátký na to, aby se svazek stihl přesně přemístit na požadované místo. Proto je často odprašována nesprávná část povrchu, popřípadě je nějaké místo náhodně vynecháno.



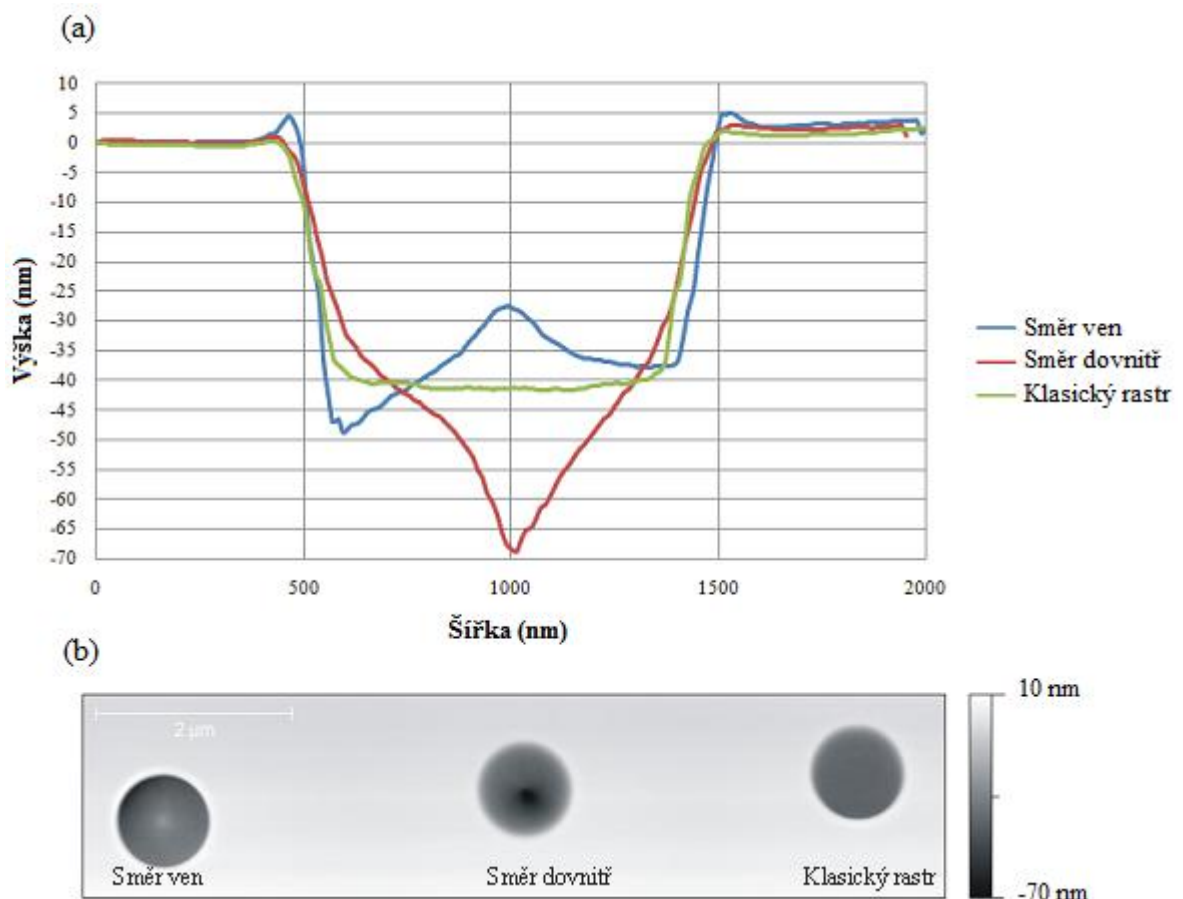
Obr. 14. (a) Profil struktury kruhového průřezu pro dobu prodlevy 1 μ s pro různé rastrovací strategie. (b) Obraz vytvořených struktur změřený mikroskopem AFM.

Z Obr. 14 je patrné, že profily struktur vytvořených při době prodlevy 1 μ s jsou téměř totožné. Liší se pouze tvarem dna krátera. Pro spirálovité rastrovací strategie je tento tvar pochopitelný a předvídatelný. Při směru pohybu svazku ze středu struktury je nejdříve vyhlouben střed, poté se svazek posouvá ke kraji, přičemž nadeponuje atomy na již odprášené místo. Při směru dovnitř svazek začíná z okraje, kde nejprve vyhloubí obvod struktury. Při dalším posuvu do středu struktury už ionty dopadají na zkosenou hranu profilu, přičemž část iontů se odráží a odprašuje profil do větší hloubky. Klasický rastr dává v tomto případě ideální tvar struktury.



Obr. 15. (a) Profil struktury kruhového průřezu pro dobu prodlevy 10 μ s pro různé rastrovací strategie. (b) Obraz vytvořených struktur změřený mikroskopem AFM.

Na Obr. 15 jsou zobrazeny profily struktur vytvořených s dobou prodlevy 10 μ s. Klasický rastr a směr dovnitř dávají téměř ideální tvar, přičemž klasický rastr má menší vyvýšeniny na okrajích kráteru. Na Obr. 15 je vidět, že profil vytvořený rastrovací strategií směr ven má uvnitř kráteru opačný tvar než pro dobu prodlevy 1 μ s (Obr. 14). To může být ovlivněno právě počtem průchodů, které svazek provedl. Při 10 μ s byl počet průchodů desetkrát nižší než u 1 μ s. To se projeví na hloubce, kterou svazek odpráší při jednom průchodu, navíc také ovlivňuje redepozici.



Obr. 16. (a) Profil struktury kruhového průřezu vytvořeného jednonásobným průchodem (doba prodlevy 570 μ s spočtená tak, aby výsledná struktura měla hloubku 20 nm) pro různé rastrovací strategie. (b) Obrázek vytvořených struktur změřený mikroskopem AFM.

Na Obr. 16 jsou zobrazeny profily struktur, u nichž není proměnný počet průchodů jako v ostatních grafech. Struktury byly vytvořeny jednonásobným průchodem svazku. Velice důležitým poznatkem plynoucím z tohoto grafu se týká hloubky vytvořených struktur. Hloubka je mnohem větší než 20 nm a je způsobena tím, že odprašování pod větším úhlem je více efektivní (viz Obr. 3). Opět lze vidět, že je klasický rastr nejvhodnější. U směru ven je profil na jedné straně více vyhlouben. Z praktické části vychází jako vhodnější vícenásobný průchod svazku, tak jak je napsáno v [1]. Při jednonásobném průchodu je obvykle dosaženo mnohem větší hloubky než u ostatních profilů.

5. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo seznámení se s problematikou iontového obrábění, s procesy, ke kterým na povrchu vzorku dochází a s experimentálními zařízeními, jako je mikroskop s iontovým tubusem a mikroskop atomárních sil. Na tomto přístroji se podařilo vyrobit struktury fokusovaným iontovým svazkem. Tvar těchto struktur byl měřen pomocí mikroskopu atomárních sil. Naměřená data byla převedena do tabulkové formy a z nich byly vytvořeny profily struktur, které byly porovnány. Tyto profily slouží ke stanovení a zpřesnění počátečních podmínek při tvorbě určitého typu struktur.

V kapitole 3. jsou popsány vady a efekty, které vznikají při obrábění iontovým svazkem. V dnešní době je snaha se právě těmto vadám vyhnout nebo je co nejvíce eliminovat. Proto je zde uveden stručný výčet těchto vad a popis mechanismu jejich vzniku. Ve skutečnosti je mnohem více důvodů, proč tyto vady vznikají, pro tuto práci jsou však jednoduchá vysvětlení postačující.

V experimentální části se čtenář může dozvědět více o počátečních podmínkách nastavení iontového svazku a jejich vlivu na tvar výsledných struktur. Z těchto výsledků je patrné, že pro větší struktury (přibližně kolem 1 μm) jsou výsledné profily mnohem přesnější než u struktur menších než 1 μm . To je značně ovlivněno velikostí urychlovacího napětí a také proudem. Oba tyto parametry ovlivňují výsledný průměr svazku a také udávají minimální velikost obráběné struktury.

Neméně podstatným parametrem je doba prodlevy. Ze všech výsledných profilů je patrné, že nejvhodnější doba prodlevy je 10 μs . To je dáno tím, že přístroj má dostatečnou dobu na správné nastavení místa expozice.

Dalším důležitým parametrem je správná volba rastrovací strategie. Pro všechny grafy vyšla jednoznačně jako nejlepší rastrovací strategie klasická. To je nejspíše dáno tím, že použije-li se pro kruhové struktury spirálovitá (ať už směr dovnitř nebo ven), dochází často k dodatečnému nechtěnému odprašování okrajů či středu struktur. Proto bych doporučoval vždy raději volit klasický rastr.

V poslední části se diskutuje volba jednonásobného nebo vícenásobného průchodu. Z praktické části vychází jako vhodnější vícenásobný. Při jednonásobném průchodu je obvykle dosaženo mnohem větší hloubky než u ostatních profilů, navíc profil struktury je značně asymetrický.

6. Použitá literatura

- [1] Utke I., Hoffmann P., Melngailis J.: *Gas-assisted focused electron beam and ion beam processing and fabrication*, J. Vac. Sci. Technol. B 26 (2008) s.1197-1276.
- [2] Král J., *Iontové zdroje v Metody analýzy povrchů*, editoři Frank J., Král J., Academia, Praha 2002.
- [3] *Quanta 3D FEG Ion Column (Sidewinder)*. Brno: FEI Company, 2008. 65 s.
- [4] Yao, N.: *Focused ion beam systems, Basics and Applications*, Cambridge University Press 2007, str. 395.
- [5] Ziegler, J.F.: *The Stopping and Range of Ions in Matter*, (počítačový program), 2008, (citováno dne 2011-06-23). Dostupné z (<http://www.srim.org>).
- [6] ŠKODA, David. *Vývoj a testování UHV-kompatibilního mikroskopu AFM/STM*. Brno, Květen 2001. 73 s. Diplomová práce. VUT FSI, Ústav fyzikálního inženýrství.
- [7] Petr Klapetek, David Nečas, Christophe Anderson : *Gwyddion*, (počítačový program), Ver. 2.24, 2011, (citováno dne 2011-06-23), Dostupné z (<http://gwyddion.net/download.php>).