

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

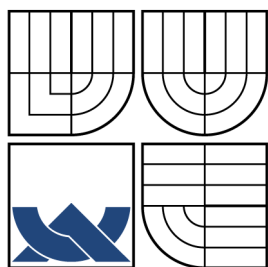
ELEKTROTRANSPORTNÍ VLASTNOSTI NANOSTRUKTUR
PŘIPRAVENÝCH METODOU FIB

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

PETR OSTŘÍŽEK

BRNO 2011



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ



FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

ELEKTROTRANSPORTNÍ VLASTNOSTI NANOSTRUKTUR PŘIPRAVENÝCH METODOU FIB

ELECTROTRANSPORT PROPERTIES OF THE NANOSTRUCTURES
FABRICATED BY THE FIB

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

PETR OSTŘÍŽEK

VEDOUcí PRÁCE
SUPERVISOR

ING. MICHAL URBÁNEK, PH.D.

BRNO 2011

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav fyzikálního inženýrství

Akademický rok: 2010/2011

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Mgr. Petr Ostřížek

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Fyzikální inženýrství a nanotechnologie (3901T043)**

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 diplomové práce:

Elektrotransportní vlastnosti nanostruktur připravených metodou FIB

v anglickém jazyce:

Electrotransport properties of the nanostructures fabricated by the FIB

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Příprava nanostruktur pomocí fokusovaného iontového svazku je stále oblíbenější metodou tvorby nanostruktur. Umožňuje vytváření nanostruktur jak odebráním materiálu tak i lokální depozicí materiálu z organometalických plynných prekurzorů. Elektrotransportní vlastnosti u takto připravených struktur jsou obecně horší než u struktur připravených litografií. Cílem práce bude prozkoumat elektrotransportní vlastnosti nanostruktur připravených metodou FIB a ověřit možnosti jejich modifikace následným tepelným, případně chemickým zpracováním.

Cíle diplomové práce:

Proměřte elektrotransportní vlastnosti nanodrátů připravených metodou FIB-CVD a prozkoumejte možnosti zlepšení vodivosti pomocí tepelného a chemického zpracování.

Prostudujte elektrotransportní vlastnosti nanostruktur vyrobených z kovových (multi)vrstev pomocí odprašování fokusovaným iontovým svazkem. Zjistěte izolační vlastnosti odprašených míst.

Seznam odborné literatury:

Nan Yao, Focused Ion Beam Systems: Basics and Applications, Cambridge University Press, Cambridge, 2007.

Frank Helmar: Fyzika a technika polovodičů, SNTL, Praha, 1990.

Vedoucí diplomové práce: Ing. Michal Urbánek, Ph.D.

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

V Brně, dne 19.11.2010



prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
Ředitel ústavu



prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Tato práce se zabývá tvorbou nanostruktur a měřením jejich elektrotransportních vlastností. Pro tvorbu nanostruktur byly použity dvě základní metody – elektronová litografie spojená s naprašováním a fokusovaný iontový svazek ve spojení s depozicí z plynné fáze. U připravených nanostruktur – drátů byla pomocí čtyřbodové metody měřena volt–ampérová charakteristika, ze které se snadno získají hodnoty odporu materiálu. Zvoleným materiálem pro dráty připravené litografickými metodami byla slitina niklu a železa (permalloy). Materiál struktur připravených metodou depozice z plynné fáze pomocí fokusovaného iontového svazku byla platina.

KLÍČOVÁ SLOVA

Fokusovaný iontový svazek, elektronová litografie, vodivost.

ABSTRACT

The aim of this work is fabrication of nanostructures and measurement of their electrotransport properties. There are two different methods used for fabrication – electron beam lithography with sputtering of thin films and focused ion beam with deposition from gas phase. I–V characteristic was measured for characterisation of as prepared nanostructures – wires. Material of wires prepared by using of electron beam lithography was permalloy – an alloy of iron and nickel. Second types of wires prepared by using of chemical vapor deposition induced by focused ion beam was platinum based.

KEYWORDS

Focused ion beam, electron lithography, conductivity.

OSTŘÍŽEK, P. Elektrotransportní vlastnosti nanostruktur připravených metodou FIB.
Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 73 s. Vedoucí
diplomové práce Ing. Michal Urbánek, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma „Elektrotransportní vlastnosti nanostruktur připravených metodou FIB“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

Poděkování

Děkuji Všem dobrým lidem.

OBSAH

1	Úvod	15
2	Teoretická část	17
2.1	Rastrovací elektronový mikroskop, konstrukce a aplikace	17
2.1.1	Principy rastrovací elektronové mikroskopie	17
2.1.2	Konstrukce mikroskopů	18
2.2	Fokusovaný iontový svazek a jeho aplikace	26
2.2.1	Historie a konstrukce fokusovaných iontových svazků	26
2.3	Litografie	32
2.3.1	Základní principy elektronové litografie	33
2.3.2	Limity elektronové litografie	34
2.3.3	Rezisty používané v elektronové litografii	37
2.4	Depozice tenkých vrstev	38
2.4.1	Depoziční aparatura	41
2.5	Elektrotransportní vlastnosti	42
2.5.1	Čtyřbodová metoda měření vodivosti	47
2.6	Nanostruktury připravené pomocí depozice z plynné fáze	47
2.6.1	Depozice pomocí iontového svazku	48
3	Experimentální část	51
3.1	Použité měřicí přístroje a způsob měření	51
3.1.1	Automatizace měření	52
3.2	Kontakty na křemíku	52
3.2.1	Kontakty na křemíku – depozice kovu z roztoku	52
3.2.2	Kontakty na křemíku – elektrodepozice	53
3.2.3	Kontakty na křemíku - naprašování	54
3.2.4	Kontakty na křemíku - elektronová litografie	54
3.3	Držák vzorku	57
3.3.1	Držák - Mechanické kontakty	58
3.3.2	Držák do mikroskopu	59
3.3.3	Tištěný spoj pro kontaktování	59
3.4	Nanostruktury připravené metodou FIB-CVD	60
3.5	Nanostruktury připravené pomocí elektronové litografie	64
4	Závěr	67
5	Literatura	69

SEZNAM OBRÁZKŮ

2.1	Termoemisní zdroj s wolframovým vláknem (dle [5]).	18
2.2	Schéma field-emission zdroje. U_1 je extrakční napětí, U_0 urychlovací (dle [4]).	19
2.3	Astigmatický svazek (převzato z [10]).	22
2.4	Rastrování elektronovým svazkem při zobrazování (dle [11]).	23
2.5	Interakce elektronového svazku se vzorkem – interakční objem v látce. Vzorek s nízkým (a), vysokým (b) protonovým číslem (Z) (dle [5]).	24
2.6	Everhartův-Thornleyův detektor (dle [12]).	24
2.7	Výsledek interakce elektronového svazku se vzorkem (dle [2]).	26
2.8	Dvousvazkový mikroskop. V detailu jsou zobrazeny interakce mezi svazky a povrchem vzorku (převzato z [[15]).	27
2.9	Taylorův kužel (převzato z [[18]).	28
2.10	Schéma iontového zdroje typu LMIS (dle [14]).	29
2.11	Schéma výroby struktur pomocí elektronové litografie.	34
2.12	Schéma výroby struktur pomocí elektronové litografie.	35
2.13	Schéma výroby struktur pomocí elektronové litografie.	37
2.14	Schéma plazmového iontového zdroje (dle [41]).	39
2.15	Iontový zdroj kaufmanova typu s axiálním polem (dle [42]).	40
2.16	Schéma iontového „multipole field“ zdroje (dle [43]).	41
2.17	Depoziční aparatura s dvojicí iontových zdrojů (s laskavým svolením M. Urbánka).	42
2.18	Pásová struktura materiálů.	44
2.19	Rychlosti elektronů v rovnovážném stavu (a) a po aplikaci vnějšího elektrického pole E (b) (převzato z [47]).	45
2.20	Obsazení energetických hladin blízko Fermiho energie. N' je populace vzniklá v důsledku aplikace vnějšího elektrického pole (převzato z [47]).	46
2.21	Dvoubodová a čtyřbodová metoda měření vodivosti.	47
3.1	Měřicí mód DELTA.	51
3.2	Uspořádání obdélníků při vytváření kontaktů.	55
3.3	Maska pro tvorbu zlatých kontaktů na křemíku (bílé pole jsou exponována elektronovým svazkem a tvoří základ připravovaných kontaktů).	56
3.4	Struktura kontaktů před naprášením zlaté vrstvy.	57
3.5	Elektronická maska pro tvorbu protilehlých kontaktů.	57
3.6	Nakontaktovaný křemíkový chip pro měření elektrontransportních vlastností.	58
3.7	Pouzdro s nakontaktovaným chipem pro měření elektrontransportních vlastností nanostruktur.	58

3.8	Držák vzorku s mechanickými kontakty.	59
3.9	Držák vzorku – platmorfma	60
3.10	Držák vzorku – platmorfma	60
3.11	Model tištěného spoje pro měření vodivosti	61
3.12	Platinové nanodráty nadeponované metodou FIB–CVD.	61
3.13	I-V charakteristika platinových drátů. Silnější drát je označen jako 1, slabší jako 2.	62
3.14	Platinový nanodrát po ukončeném experimentu. Pro další měření na daném chipu byl drát přerušen pomocí iontového svazku.	63
3.15	I-V charakteristika platinového drátu.	63
3.16	Nanodráty z permalloye naprášené na křemíkovém substrátu.	64
3.17	Permalloyové dráty před vodivostními experimenty vykazující celkové poškození.	65
3.18	„Ementálová“ struktura poškozeného nanodrátu.	65
3.19	Volt-ampérová charakteristika permalloyového nanodrátu.	66

1 ÚVOD

Elektrotransportní vlastnosti jsou důležitou charakteristikou materiálů. Ať už se jedná o vodivost či Hallovo napětí, vždy je možné z daných dat vyvozovat závěry, které nám mohou být nápomocny při pokusech o pochopení podstaty zkoumaných jevů. Tato práce se zaměřuje na vodivostní chování nanostrukturních drátů.

V práci je popsána příprava nanodrátů dvěma metodami, u kterých předpokládáme, že jsou vhodným nástrojem pro tvorbu nanostruktur. I přesto, že tyto metody nemohou podat srovnatelné výsledky, které pramení z jejich odlišných základů, uvádíme je jako součást jedné práce. Námi zvolené techniky pro tvorbu nanodrátů jsou depozice z plynné fáze pomocí fokusovaného iontového svazku a naprašování pomocí širokosvazkového iontového zdroje. Depozice pomocí fokusovaného iontového svazku jsou velmi rychlou a navíc jednokrokovou metodou přípravy nanostruktur. Omezení této techniky spočívá v používaných výchozích prekurzorech pro depozice. Musí se jednat o sloučeniny s dobrou tenzí par. Naproti tomu depozice pomocí naprašování není prakticky vůbec materiálově omezena. Její nevýhodou je nutnost použití více kroků přípravy – vytvoření výchozího tvaru struktury pomocí dalších metoda a následné naprášení materiálu. Pro definici rozměru a tvaru nanostruktur pro naprašovací experimenty budeme používat elektronovou litografii. Elektronová litografie je velmi variabilní technika, pomocí které je možné získat velmi dobře definované nanostruktury.

V experimentální části práce je popsáno zařízení zkonstruované pro in-situ měření vodivosti nanodrátů v mikroskopu Tescan LYRA FIB. Tento mikroskop je vybaven fokusovaným iontovým svazkem, který byl použit pro přípravu nanodrátů metodou FIB-CVD. Měření I-V charakteristik nanostruktur bylo automatizováno pomocí programového rozhraní LabView . Dále je ukázán postup přípravy vzorků a jsou prezentovány výsledky prvních in situ měření.

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Rastrovací elektronový mikroskop, konstrukce a aplikace

Vývoj elektronových mikroskopů započal na přelomu 20. a 30. let 20. století. Prvním prototypem funkčního elektronového mikroskopu byl přístroj Ernsta Rusky (Nobelova cena za fyziku, 1986) a Maxe Knolla postavený roku 1931 [1]. O dva roky později byl vyroben přístroj, který byl již reálně použitelný pro zobrazování - bylo dosaženo rozlišení standardních optických mikroskopů té doby. V tomto případě se jednalo o prozařovací elektronové mikroskopy. Další vývoj na sebe nenechal dlouho čekat a vrcholil konstrukcí prvního rastrovacího mikroskopu, založeného na práci Maxe Knolla a Manfreda von Ardenneho [2]. Po druhé světové válce se vývoje ujal Charles Oatley z Cambridge University, psal se rok 1951.

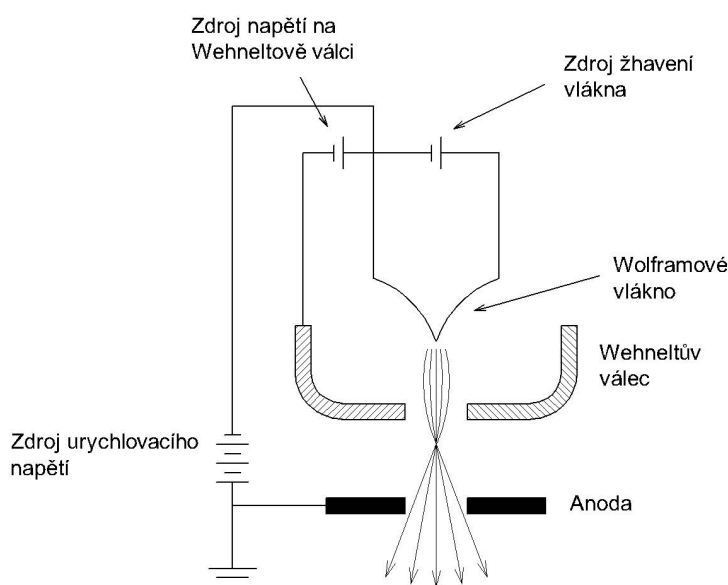
2.1.1 Principy rastrovací elektronové mikroskopie

Klasické optické mikroskopy, stejně jako prozařovací elektronové mikroskopy, pro zobrazování využívají rovnoměrného osvětlení vzorku. Toto záření dopadá na vzorek a po interakci je tvořen obraz vzorku v reálném čase. V případě rastrovacích elektronových mikroskopů je však obraz vzorku tvořen odlišným způsobem. Tyto mikroskopy pro zobrazování nejčastěji využívají sekundárních elektronů, které produkuje vzorek při interakci s dopadajícími primárními elektrony v ozařovacím svazku. Je patrné, že kdyby došlo k rovnoměrnému osvětlení vzorku elektronovým svazkem, výsledný obraz by byl jen těžko analyzovatelný vzhledem k velkému rozpětí energií sekundárních elektronů, které jsou emitovány ze vzorku. Proto při tvorbě obrazu dochází k rastrování elektronovým svazkem po vzorku, přičemž stopa svazku je velmi malá vzhledem k zobrazovaným strukturám. Díky této úpravě jsou sekundární elektrony produkovány pouze obrazovými body, které jsou aktuálně ozařovány. Sběrná optika, měřící intenzitu emitovaných elektronů, poté určuje elektronový kontrast ozářeného bodu. Složením jednotlivých dat (intenzity sekundárních elektronů vzhledem k pozici svazku) do ucelené formy je vytvořen obraz struktury. Moderní rastrovací mikroskopy k zobrazování a analýze mohou využívat kromě sekundárních a zpětně odražených elektronů i Augerovy elektrony a charakteristického rentgenového záření, díky čemuž se dále rozšiřuje pole působnosti daných mikroskopů.

2.1.2 Konstrukce mikroskopů

Rastrovací elektronový mikroskop se skládá z několika částí, jmenovitě se jedná o zdroj elektronů, fokusovací optiku, rastrovací optiku a analyzátory elektronů.

Zdroje elektronů dělíme dle způsobu produkce elektronů na termoemisní a „polem emitující“ (field emission). Základní termoemisní zdroj elektronů využívá žhavené wolframové vlákno tvaru V. Wolfram se používá pro vysokou teplotu tání ($3695\text{ }^{\circ}\text{C}$ [3]) a nízkou tenzi par. Problémem termoemisních zdrojů je nízká monochromaticnost emitovaných elektronů ($\Delta E \sim 3\text{ eV}$) [4]. To má za následek snížení rozlišovací schopnosti mikroskopu vlivem chromatické vady fokusovací optiky. Konstrukce termoemisního zdroje zahrnuje kromě žhaveného vlákna i Wehneltův válec a extrakční anodu (viz Obrázek 2.1). Wolframové vlákno je průchodem proudu rozžhaveno na teplotu cca $2600\text{ }^{\circ}\text{C}$, což má za následek termoemisi elektronů z hrotu vlákna. Emitované elektrony mají velký rozptyl trajektorií a proto jsou nejprve fokusovány Wehneltovým válcem. Aplikací rozdílu potenciálu mezi vláknem a extrakční anodou dojde k urychlení elektronů ve směru anody, což tvoří základ elektronového svazku.

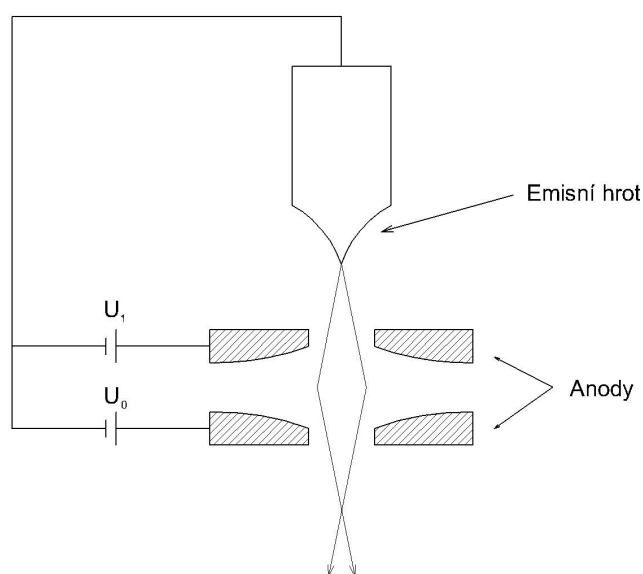


Obrázek 2.1: Termoemisní zdroj s wolframovým vláknem (dle [5]).

Dalším často používaným termoemisním zdrojem je monokrystal LaB_6 (hexaborid lanthanu) přilepený k odporovému žhavení (grafit, rhenium atd.). Tohoto keramického materiálu se využívá nejen pro vhodnou teplotu tání ($2210\text{ }^{\circ}\text{C}$ [6]), ale i pro nízkou hodnotu výstupní práce ($2,4 - 2,66\text{ eV}$ [5], [6]), díky čemuž tento materiál snadno emituje elektrony. Výstupní práce je téměř poloviční oproti wolframu [7] a proto je svítivost zdroje LaB_6 vyšší při použití stejného žhavicího proudu.

Dalšími výhodami LaB_6 oproti wolframu je menší rozptyl energií emitovaných elektronů ($\Delta E \sim 1,5 \text{ eV}$) [4] a delší životnost. Ta je však podmíněna nižší hodnotou tlaku v mikroskopu.

Jiným typem zdroje je tzv. Schottkyho katoda. Ta je tvořena ostrým hrotem z monokrystalického wolframu, na který je pro snížení výstupní práce nanесena tenká vrstva oxidu zirkoničitého. Tento typ zdroje je na rozhraní mezi termoemisními a field-emission zdroji. Jeho funkce je založena na aplikaci elektrického pole, které usnadňuje termoemisi z katody. Ta je žhavena na nižší teploty než v případě termoemisních zdrojů. Tvorba elektronového svazku vyžaduje použití dvou anod, extrakční a urychlovací (viz Obrázek 2.2).



Obrázek 2.2: Schéma field-emission zdroje. U_1 je extrakční napětí, U_0 urychlovací (dle [4]).

Nejsofistikovanějším zdrojem elektronů jsou field emission systémy. Emise vlivem pole, někdy též označovaná jako studená emise, je čistě kvantově-mechanickým jevem (tunelování), který byl popsán Fowlerem a Nordheimem [8]. Tato emise je řízena pouze elektrickým polem, které je aplikováno extrakční elektrodou. Konstrukce těchto zdrojů je totožná s Schottkyho zdrojem s tím rozdílem, že se jedná pouze o čistý wolframový hrot. Tyto zdroje vynikají svojí monochromaticností ($\Delta E \sim 0,3 \text{ eV}$) [4], nízkým průměrem svazku, vysokou proudovou hustotou a jasnem.

Pro fokusaci svazku na hodnoty v řádech jednotek nanometrů se v elektronových mikroskopech používají elektrostatické i magnetické čočky. Elektrostatická čočka je tvořena válcovým kondenzátorem, jehož osa je totožná s optickou osou mikroskopu.

Aplikované elektrické pole v dutině válce poté ohýbá dráhu elektronů, čímž dochází k řízené fokusaci/defokusaci svazku. Fokusace svazku je podobná jako u klasických skleněných čoček – částice putující dále od optické osy čočky jsou více ohýbány než částice, které se nachází blíže ose. Tímto dochází ke zmenšování stopy svazku. Válcových čoček je využíváno pro jejich symetrii, která zaručuje, že fokusační schopnosti jsou funkcí pouze radiální vzdálenosti elektronu a nikoliv azimutální polohy. Často používanými elektrostatickými čočkami jsou tzv. unipotenciální čočky (někdy též Einzel lens). Ty se skládají ze 3 válcových čoček. K fokusaci slouží střední čočka, zbylé dvě krajní slouží pouze pro omezení dosahu elektrického pole střední čočky. Výhodou elektrostatických čoček oproti magnetickým je jejich menší robustnost.

Magnetické čočky jsou tvořeny cívkou, která je opatřena pólovými nástavci pro zvýšení intenzity působícího pole. Magnetické čočky krom fokusace svazku způsobují jeho azimutální rotaci. Proto se v některých aplikacích citlivých na směr spinu používají výlučně elektrostatické čočky [9]. Z teorie vyplývá, že za fokusaci svazku odpovídá pouze radiální složka magnetického pole tvořeného čočkami. Z této skutečnosti jasně vyplývá potřeba tvorby co možná nejmenších magnetických čoček, potažmo čoček, jejichž magnetické pole bude silně prostorově omezeno. Z toho důvodu se vinutí cívek „obaluje“ feromagnetickými materiály (např. železem), které vlivem značné permeability nepustí magnetické pole ven. Tento obal je bývá opatřen nástavci, které jsou opatřeny mezerou z nemagnetického materiálu (popřípadě není mezeza vyplněna vůbec). Danou mezerou „uniká“ magnetické pole cívky do prostoru, čímž je zaručena fokusace svazku, ale zároveň je výrazně prostorově omezena vzdálenost průniku daného pole do prostoru. Není překvapující, že pro tvorbu dostatečně intenzivních polí musí být používán velký proud procházející cívkami. Tyto proto musí být dostatečně chlazeny, aby nedocházelo ke kolísání hodnot magnetického pole vlivem teplotní roztažnosti materiálu. Ve srovnání s elektrostatickými čočkami mají magnetické čočky menší vady zobrazení. Dále není nutné používat vysokonapěťové izolace.

Na základě umístění čoček tyto dále dělíme na kondenzorové, které slouží pro zmenšení stopy svazku a objektivové, které vyjma dalšího snížení velikosti stopy obstarávají i rastrování svazku a potlačení optických vad.

Objektivové soustavy mohou mít odlišné konstrukce, které ve výsledku stanovují limity a výhody jednotlivých uspořádání. Nejpoužívanějšími typy objektivů jsou tzv. kónické či „pinhole“ objektivy. Jedná se o konstrukci, ve které je vzorek umístěn mimo objektivové čočky a zároveň je „izolován“ od jejich magnetických polí. Ke zmíněné izolaci dochází díky použití velmi malého otvoru na konci objektivu, kterým prochází elektronový svazek. Z tohoto faktu zřejmě pochází označení „pinhole“. Výhodou těchto objektivů je možnost zobrazování téměř libovolně velkého vzorku při značných pracovních vzdálenostech.

Druhým typem objektivových sestav jsou tzv. imersní čočky. Zde se zkoumaný vzorek nachází přímo v těle objektivu. To má 2 základní důsledky. Prvním, nevýhodným, je podstatný limit pro velikost zobrazovaného vzorku ($\sim 10^0$ mm). Tento limit je však vyvážen druhým důsledkem a tím je možnost použití velmi malých ohniskových vzdáleností. To ve výsledku vede ke značnému potlačení vad objektivu při zobrazování, protože projev vady roste s rostoucí ohniskovou vzdáleností. Tato konstrukce je dále přínosná pro analýzu elektronů, protože díky magnetickému poli v okolí vzorku můžeme snadno rozlišit sekundární a zpětně odražené elektrony.

Posledním typem používaných objektivů jsou tzv. „snorkel“ čočky. Ty se konstrukčně podobají pinhole objektivům s tím rozdílem, že výstupní otvor pro svazek je větší a tudíž se vzorek nachází v magnetickém poli objektivu. Tato skutečnost vede ke vhodné kombinaci vlastností pinhole a imersních objektivů – tj. malé limity na velikost vzorku, malé vlivy optických vad a možnost použití detektorů umístěných v blízkém okolí vzorku stejně jako přímo v objektivu.

Každá optická soustava je zatížena tzv. vadami zobrazení. V případě elektronových soustav se projevují sférická a chromatická aberace, astigmatismus svazku. Sférická vada je způsobena rozdílnými fokusačními schopnostmi čoček vzhledem k radiální vzdálenosti elektronu od optické osy. Toto vede ke vzniku disku v ohniskové rovině místo očekávaného bodového zobrazení. Eliminovat tuto aberaci je možné použitím vhodně umístěných clon. Tyto clony vyberou jen ty částice, které se málo odchyľují od optické osy. Čím větší radiální selekce elektronů je provedena, tím více dochází k potlačení sférické vady. Je jasné, že tato korekce musí být provedena s mírou, jinak by došlo k přílišnému „ořezání“ svazku a tím by došlo k rapidnímu poklesu intenzity svazku. Příliš malé clony by taktéž vedly ke vzniku difrakčních vad.

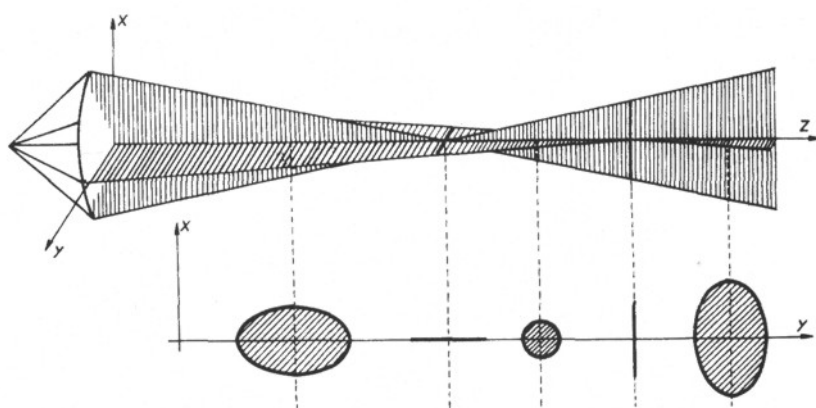
Druhou vadou, která má značný vliv na výsledné zobrazení je chromatická aberace. Ta souvisí s energií elektronů ve svazku a fokusačními schopnostmi čoček. Fokusace je pochopitelně závislá na kinetické energii elektronů. A zde vzniká zásadní praktický problém – nezle totiž zaručit, aby každý elektron ve svazku měl stejnou kinetickou energii. Vždy se bude vyskytovat určitý rozsah energií, které budou elektrony mít. Je tomu podobně, jako u optické mikroskopie, kde nelze vytvořit zcela monochromatického záření. Rozptyl energií ve svazku je v důsledku způsoben několika vlivy současně:

1. I přes stabilizaci zdrojů vede fluktuace urychlovacího potenciálu (V_{fluk}) k „rozmazení“ střední kinetické energie elektronů o hodnotu úměrnou V_{fluk} .
2. Elektrony emitované ze zdroje mají různou energii v důsledku statistické povahy emise (např. pro termoemisní zdroje je rozsah energií úměrný teplotě zdroje).

3. U prozařovacích mikroskopů, kde dochází k fokusaci svazku po průchodu vzorkem, je další rozptyl hodnot energií způsoben neelastickými srážkami elektronů s atomy vzorku.

Nemonochromaticnost elektronů ve svazku, která je způsobena výše uvedenými vlivy, způsobuje vznik ohniska, které není bodové, ale opět tvoří disk na optické ose.

Astigmatismus jako vada je způsoben nerovnoměrnou fokusační schopností čoček. Tato chyba je dána nehomogenitami v materiálu pólových nástavců magnetických čoček, nedokonalou azimutální symetrií čoček a dalšími. Tato chyba zobrazení se projevuje v rozdílné fokusaci elektronů, které procházejí čočkou pod různým azimutálním úhlem. Tuto skutečnost vystihuje následující obrázek.

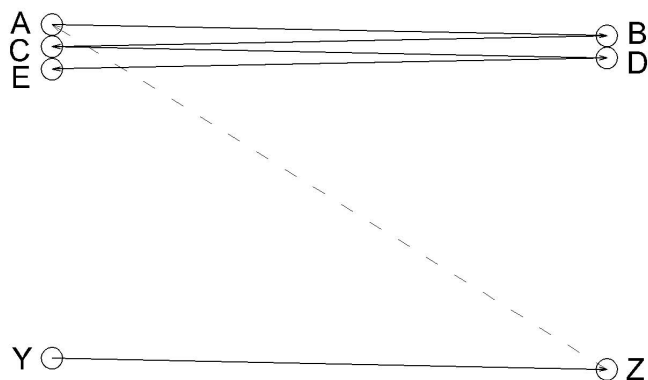


Obrázek 2.3: Astigmatický svazek (převzato z [10]).

Pro potlačení astigmatické vady se v elektronových soustavách používá tzv. stigmátorů. Ty jsou tvořeny soustavou kvadrupólových elektrod. Pro snadnější nastavení čoček pro korekci astigmatismu je často používáno víceelektrodové zapojení, zpravidla oktupólové. Toto zapojení snadno umožní korekci nastavením napětí na elektrodách, aniž by se musela měnit orientace sestavy v prostoru (rotace kolem optické osy). Místo elektrod může být pro korekci použito i vhodně orientovaných cívek (krátkých solenoidů) v oktupólovém uspořádání. V tomto případě jsou dvě čtveřice solenoidů napájeny nezávislými proudy.

Další podstatnou částí optického systému rastrovacího elektronového mikroskopu jsou vychylovací cívky, které obstarávají rastrovací snímací režim mikroskopu. Rastrování po vzorku (viz Obrázek 2.4) probíhá nejprve v jednom směru, řekněme x -ovém, z bodu A do bodu B. Po dosažení „konce“ rastrovacího okna (bod B) je svazek vrácen na opačnou stranu a skenování pokračuje. Při průběhu svazku podél osy x z jedné strany okna na druhou dochází k velmi malému posunu svazku ve

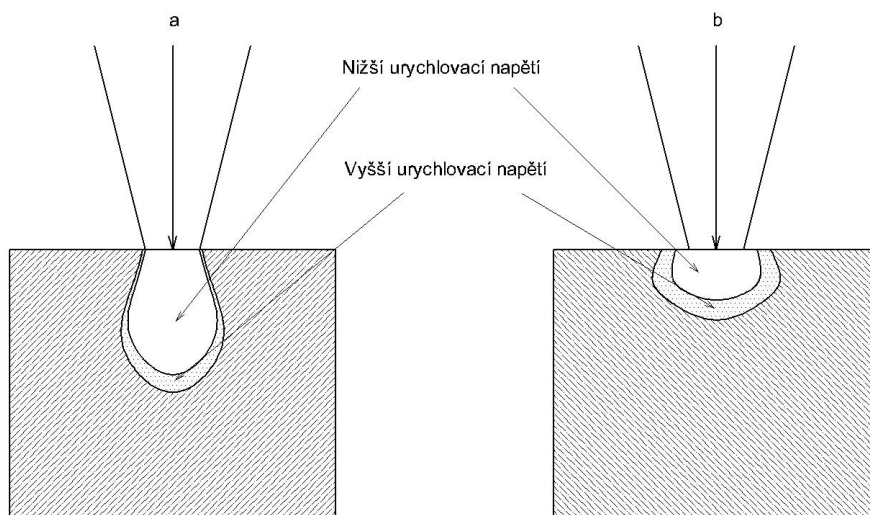
směru osy y . Toto ve výsledku způsobí, že se svazek při přesunu na počáteční x -ovou souřadnici nevrátí do stejného bodu (A), ale do bodu, který je mírně posunut podél osy y (bod C). Po dosažení konce rastrovacího okna (bod Z) se svazek vrací zpět na začátek do bodu A.



Obrázek 2.4: Rastrování elektronovým svazkem při zobrazování (dle [11]).

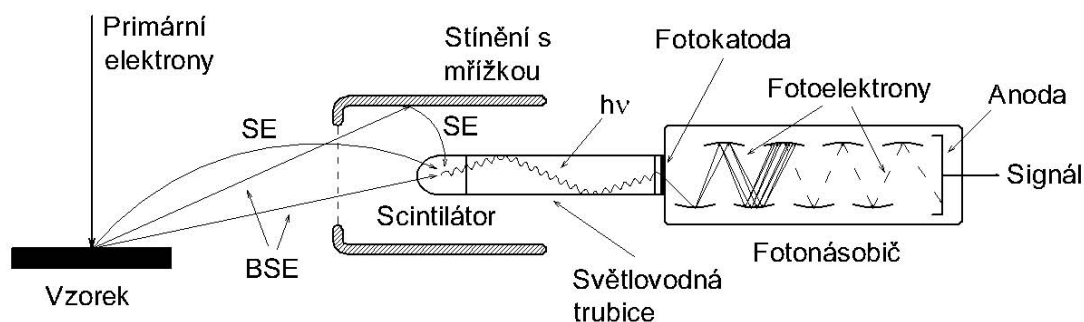
Na „konci“ celého zařízení pro zobrazení pomocí elektronů, pochopitelně, musí být detektor elektronů. Na základě použitého detektoru poté můžeme získat rozdílný obraz/kontrast vzorku. Jak již bylo zmíněno výše, v rastrovací elektronové mikroskopii se nejvíce používá detektorů sekundárních (Secondary Electrons) a zpětně odražených elektronů (Back Scattered Electrons). Interakce elektronů ve svazku s materiálem zobrazovaného vzorku spočívá v pružných i nepružných srážkách. Oblast, ze které poté sbíráme signál (SE nebo BSE) ovšem neodpovídá pouze stopě svazku. Tato oblast odpovídá interakčnímu objemu pod povrchem vzorku. Velikost tohoto objemu je funkcí energie dopadajícího svazku a složení vzorku. Pro jednoduchou představu je na obrázku 2.5 znázorněna daná závislost. Interakční objem, stejně jako hloubka průniku, roste s rostoucí energií elektronů ve svazku. S rostoucím zastoupením těžkých prvků ve vzorku klesá objem i průnik v důsledku přítomnosti více atomů, které jsou schopny zastavit pronikající elektrony.

I když k většině interakcí mezi atomy vzorku a dopadajícími elektrony dochází uvnitř vzorku, SE, které po analýze v detektoru tvoří výsledný kontrast, pochází pouze z několika málo vrchních atomových vrstev. Je to dáno skutečností, že i SE mají poměrně nízkou energii (do 50 eV) a při interakci s materiálem vzorku mohou veškerou energii ztratit. Z materiálu proto unikají pouze ty SE, které leží dostatečně blízko povrchu a jejichž „cesta“ po interakci primárního elektronu se vzorkem obvykle vede „vzhůru“ – tj. ven z materiálu. Z výše popsaného je evidentní, že rastrovací mikroskopie snímající SE je čistě povrchovou metodou zobrazující topografický kontrast vzorku. Detekovat sekundární elektrony přímo není z praktických důvodů



Obrázek 2.5: Interakce elektronového svazku se vzorkem – interakční objem v látce. Vzorek s nízkým (a), vysokým (b) protonovým číslem (Z) (dle [5]).

možné, což je dáno příliš malými proudy. Proto se při detekci používají elektronové násobiče. Jako detektoru SE se nejčastěji používá tzv. Everhartův-Thornleyův detektor [12] (viz Obrázek 2.6).



Obrázek 2.6: Everhartův-Thornleyův detektor (dle [12]).

SE, které unikly ze vzorku jsou přitahovány kladně nabitou sběrnou mřížkou. Za mřížkou se nachází scintilátor, ve kterém se po interakci dopadajícího elektronu vybudí fotony. Ty jsou vedeny na fotokatodu, kde vyprodukují elektrony. Signál těchto elektronů je zesílen fotonásobičem (cca 10^6 -krát) a poté snímán jako výsledný signál pro zpracování. Výhoda tohoto systému je velký rozsah intenzit, nízký šum a rychlá odezva na změnu vstupního signálu. Umístění detektoru v mikroskopu ovlivňuje především výsledný kontrast. Při nejběžnějším umístění blízko vzorku,

detektor zpracovává nejen SE ze vzorku, ale i BSE ze vzorku a SE produkované zpětně odraženými při interakci s komorou mikroskopu. Tomu lze předejít použitím tzv. „in-lens“ detektoru. Jedná se stále o Everhartův-Thornleyův detektor, ovšem tentokrát je umístěný nad vzorkem ve fokusační optice primárního svazku. Vzhledem k jeho vzdálenosti od vzorku snímá pouze sekundární elektrony ze vzorku. Nevýhodou detektorů SE může být jejich směrová preference sběru elektronů, což ve výsledku vede ke vzniku parazitních jevů při zobrazování, nejčastěji ke vzniku stínů.

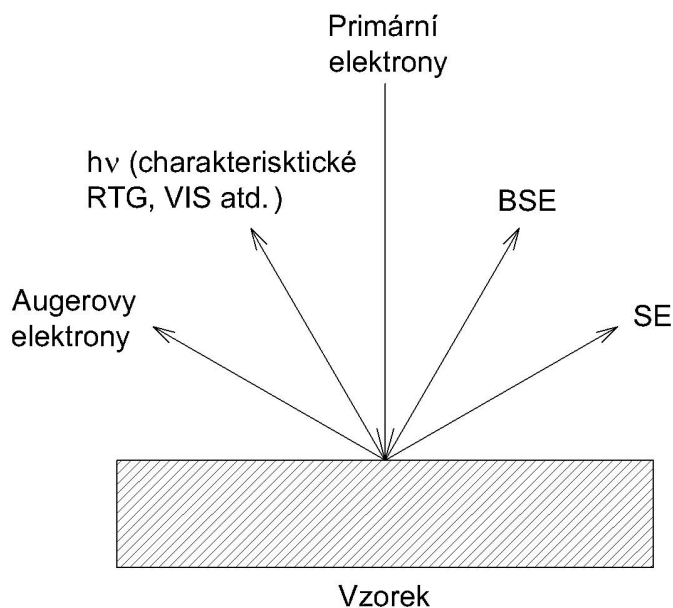
BSE (primární elektrony odražené pod úhlem větším než 90°) mají díky malým ztrátám při pružných srážkách mnohem větší energii než SE. Z tohoto důvodu je možné, SE a BSE od sebe vzájemně rozlišit. Počet zpětně odražených elektronů závisí na protonovém čísle terče (rostoucí srážkový průřez se zvětšujícím se Z), proto je možné pomocí BSE získat i kontrast založený na rozdílném materiálu ve vzorku. Detektory BSE jsou umístěny blízko objektivu a mají obvykle kruhovou symetrii - dochází ke sběru dat bez závislosti na směru. Jsou tvořeny, stejně jako Everhartův-Thornleyův detektor, scintilátorem, který je připojen na světlovodný člen a následně na fotonásobič. Popsaný detektor se označuje jako Robinsonův. Další možností je použití p-n přechodu namísto scintilátoru. V těchto polovodičových detektorech vzniká produkovaný signál interakcí BSE s p-n rozhraním. Zde dochází k tvorbě páru elektron-díra a pomocí vnějšího okruhu je měřena „intenzita signálu“.

Literatura [5] dělí elektrony na SE a BSE podle jejich energie. SE jsou ty, mající energii menší než-li 50 eV. BSE, pochopitelně, mají energii 50 eV a více. Taktéž je rozdíl v laterálním rozlišení SE a BSE. Prakticky dosažitelné rozlišení sekundárních elektronů je řádově 10 nm, kdežto pro BSE je řádová hodnota udávána na 1000 nm.

Primární elektron může při srážce s atomy vzorku vyrazit vnitřní elektrony. Dojde-li k tomu, je prázdný orbital atomu zaplněn elektronem z vyšších slupek. Při tom dochází k emisi fotonu s charakteristickou vlnovou délkou, která odpovídá danému přechodu. Toto záření se dá tudíž využít pro elementární analýzu vzorku. Emitované fotony mají vlnové délky v oblasti rentgenového záření, proto se daná technika označuje jako energiově disperzivní spektroskopie rentgenového záření (EDS).

Při interakci může být místo rentgenového fotonu emitován i tzv. Augerův elektron. Ten vzniká podobně jako charakteristické rentgenové záření popsané výše. Při zpětném zaplnění vnitřních orbitalů však nedojde k emisi fotonu, ale k emisi vnitřního elektronu. Pro snadnou představu je možné předpokládat, že emitovaný foton ihned excituje vnitřní elektron. Tato představa je nesprávná, ale pro jednoduchý popis dostačující.

Pro jednoduché shrnutí veškerých jevů, které nastávají při interakci mezi primárním svazkem elektronů a materiálem vzorku, uvádíme následující obrázek.



Obrázek 2.7: Výsledek interakce elektronového svazku se vzorkem (dle [2]).

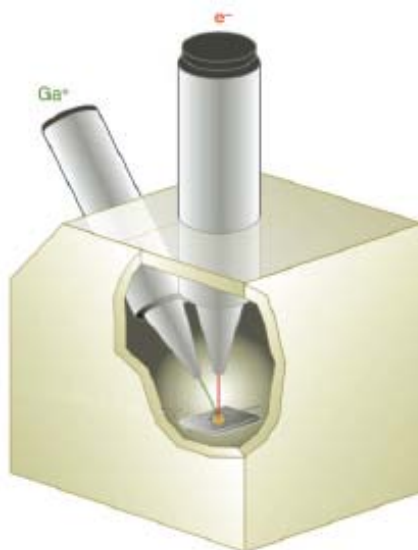
2.2 Fokusovaný iontový svazek a jeho aplikace

Fokusovaný iontový svazek (Focused Ion Beam) je mnohostranně využitelná, a také využívaná, technika v základním materiálovém výzkumu a technologických aplikacích posledních několika let. Nejobvyklejší experimentální FIB sestavy jsou odvozeny od klasických rastrovacích mikroskopů, které využívají svazku elektronů pro zobrazování, depoziční a litografické experimenty. Ve srovnání s elektronovými svazky má však iontový svazek jednu přednost a tou, jak sám název napovídá, je využití iontů jako „základní částice“. Pomocí iontů, které mají řádově vyšší hmotnost než elektrony, je možné snadno rozšířit technologické uplatnění takového svazku o obráběcí postupy. Díky svému potenciálu pro zobrazování a obrábění nachází tato technika stále širší využití v mezioborových studiích, které se věnují výzkumu objektů na úrovni „mikro- a nanorozměrů“.

2.2.1 Historie a konstrukce fokusovaných iontových svazků

Vývoj FIB mikroskopů započal v průběhu 60. let 20. století jako reakce na výsledky výzkumu V. E. Krohna, jenž se zabýval konstrukcí iontových zdrojů, založených na použití kapalných kovů (Liquid-Metal Ion System) [13]. Tyto zdroje si rychle našly své uplatnění ve výzkumu polovodičů a v materiálových vědách. V letech 80. vývoj vyvrcholil v produkci komerčních FIB mikroskopů a v jejich uplatnění v polovodičovém průmyslu [14], [15]. Následný vývoj FIB aplikací vedl ke vzniku

mikro- a nanoobráběcích technik jako nástroje pro přípravu struktur s velkým rozlišením bez využívání litografických procesů. Optimalizací přístrojů pro zobrazování a obrábění došlo ke vzniku tzv. dvousvazkových mikroskopů (Dual beam či Cross beam microscope), které využívají dvou různých zdrojů – elektronového a iontového (viz Obrázek 2.8).

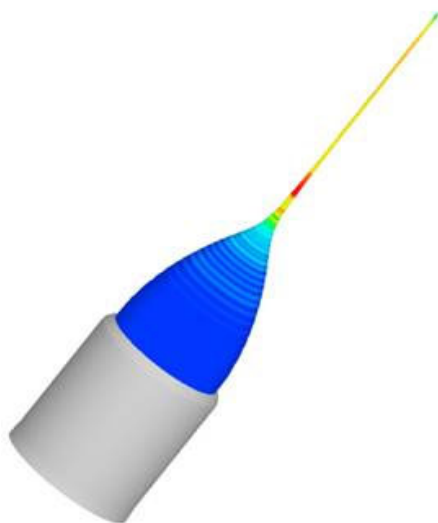


Obrázek 2.8: Dvousvazkový mikroskop. V detailu jsou zobrazeny interakce mezi svazky a povrchem vzorku (převzato z [[15]).

Základy konstrukce a teorie

Konstrukce FIB zdrojů v dnešní době téměř výhradně používá iontů Ga^+ . Méně využívanými materiály pro produkci iontových svazků jsou indium, bismut, cín, zinek, zlato a další. Galium se hojně využívá především pro nízký bod tání ($29,76^\circ\text{C}$ [16]), nízkou těkavost a tenzi par. Ve zdroji je nejprve roztavený kov z rezervoáru transportován úzkou wolframovou kapilárou ($\sim 10^{-6}\text{ m}$) do prostoru, kde je extrahován elektrickým polem. Při extrakci polem o vysoké intenzitě ($\sim 10^{10}\text{ V m}^{-1}$) dochází ke vzniku Taylorova kužele (viz Obrázek 2.9), z jehož hrotu dochází k emisi iontů. Velikost a tvar Taylorova kužele je dán povrchovým napětím kapalného kovu a elektrostatickými silami, které v daném okolí působí. Atomy z „hraniční“ vrstvy kužele jsou extrahovány pomocí extrakčního napětí apertury ($\sim -10^3\text{ V}$) a vlivem malého poloměru hrotu ($\sim 5\text{ nm}$) a značných elektrických polí dochází v okolí vrcholu kužele k snadné ionizaci těchto atomů v důsledku jejich odpařování v přítomnosti pole [14], [17].

Extrahované ionty jsou urychleny příslušnými poli do tubusu a jsou dále fokusovány. Fokusační schopnosti jsou limitovány především chromatickou vadou, která

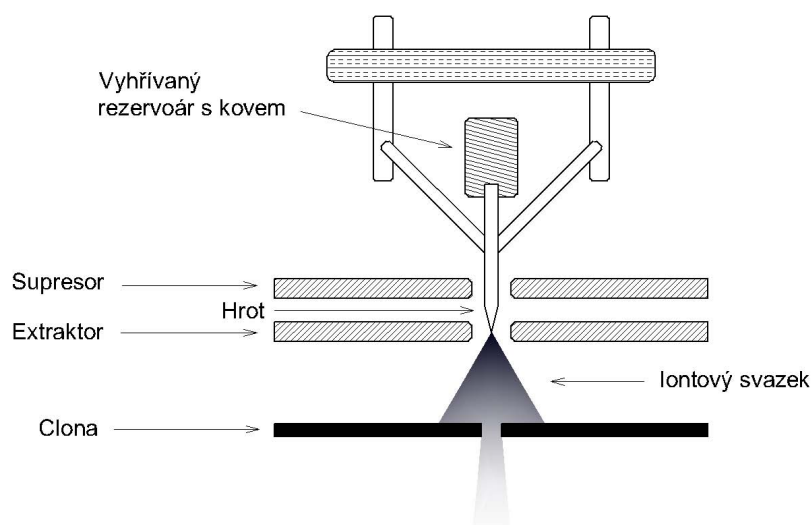


Obrázek 2.9: Taylorův kužel (převzato z [[18]]).

vzniká v důsledku prostorového náboje ve vzorku a dále sférickými vadami použitých čoček. Ve skutečnosti však hlavní limit rozlišení iontových mikroskopů není dán svazkem a jeho parametry, ale závisí na vzorku samotném – na jeho odprašování [19]. V případě iontových svazků se využívá pouze elektrostatických fokusačních čoček. Magnetické čočky, které by byly využitelné pro fokusaci iontů by musely dosahovat značných rozměrů a proto je jejich využití krajně nepraktické. Elektrostatické čočky se také vyznačují rychlejší odezvou na aplikovanou změnu a proto jsou snadno využitelné i k tzv. blankování svazku. Emisní proudy iontových svazků dosahují nízkých hodnot ($\sim 10^{-6}$ A) pro zajištění stability proudu ve svazku. Při vyšších proudech může docházet ke vzniku iontových klastrů či nabitých kapek kovu, které vedou k značnému rozptylu energií a podstatně snižují životnost zdroje. Proud ve svazku se téměř výhradně ovládá nastavením napětí na tzv. supresoru ($\sim 10^3$ V) (viz Obrázek 2.10), přičemž extrakční napětí zůstává konstantní. Případná změna extrakčního napětí by vedla ke změně charakteristik Taylorova kužele a tím by došlo k posunu iontového svazku. Zmíněné nestabilní chování je dáno nelineárním vztahem mezi proudem a napětím v LMIS zdrojích [17], [20].

Interakce iontů se vzorkem

Při dopadu iontů na povrch vzorku může dojít k několika různým jevům. Tyto jevy jsou dány pružnými srážkami mezi ionty a atomy vzorku (tzv. jaderné energetické ztráty) a nepružnými srážkami mezi ionty a elektrony ve vzorku (tzv. elektronové ztráty). Mezi zmíněné jevy patří zpětný odraz a implantace iontů, produkce sekundárních elektronů a iontů, odprašování materiálu vzorku. Ionty putující vzor-



Obrázek 2.10: Schéma iontového zdroje typu LMIS (dle [14]).

kem vyvolávají tzv. kolizní kaskádu. Tato kaskáda je statistickým jevem, což vede ke Gaussovskému rozptýlení iontů kolem střední hodnoty hloubky průniku iontu pod povrch. Při průchodu iontů vzorkem dochází ke vzniku atomových defektů a promíchávání atomů. Struktura je taktéž vystavena teplotním šokům. Vlivem těchto jevů může docházet k amorfizaci, rekrystalizaci vzorku či vzniku nových fází.

Jak již bylo řečeno, interakci mezi dopadajícími ionty a povrchem vzorku spouští celou řadu jevů, které mohou být využívány pro zobrazování a materiálovou analýzu při vhodně zvoleném detektoru. Může se na příklad jednat o detektory sekundárních elektronů pro zobrazování, detektory RTG záření a hmotnostní detektory pro prvkovou analýzu. Detektory sekundárních elektronů jsou totožné s těmi, které se používají v rastrovacích elektronových mikroskopech. Pro detekci iontů se využívá spektroskopie sekundárních iontů, případně méně sofistikované techniky, která využívá detektoru sekundárních elektronů. Je pochopitelné, že sběrná mřížka detektoru musí být nabitá negativním potenciálem, aby docházelo ke sběru pozitivně nabitých iontů na úkor elektronů.

Depozice pomocí iontů

Vysoké energie dopadajících částic taktéž způsobují rozklad chemických sloučenin adsorbovaných na povrchu vzorku. Tento jev se označuje jako chemická depozice z plynné fáze (Focused Ion Beam assisted Chemical Vapor Deposition) a dá se jej velmi dobře využít pro tvorbu nanostruktur [14], [17] či při přípravě vzorků pro prozařovací elektronovou mikroskopii [21] nebo pro ovlivnění rychlosti odprašování materiálu vzorku [14].

FIB-CVD využívá rozkladu organokovových prekurzorů [22], [23], [24] případně halogenidů [25] a karbonylů kovů [24] pro depozici vodivých kovových struktur či organických látek pro depozici uhlíku [26]. Prekurzory se do oblasti iontového bombardu přivádějí tenkými kapilárami. Je nasnadě, že pro úspěšnou depozici materiálu metodou FIB-CVD je nutné vhodně nastavit množství parametrů, proudem ve svazku počínaje a rychlostí přísunu prekurzoru konče. Výhodou metody FIB-CVD je skutečnost, že se jedná o lokální depozici materiálu, díky čemuž není třeba při tvorbě mikro- a nanostruktur využívat litografických postupů, které jsou u klasického iontového napařování nezbytné.

Pro úspěšně provedené depozice pomocí iontového svazku je nutné kontinuálně přivádět na povrch vzorku plynné prekurzory. To se provádí tenkými kapilárami, které jsou pomocí manipulátoru přiblíženy k povrchu ($\sim 10^{-4}$ m). Plyn postupně adsorbuje na vzorek a poté se vlivem dopadajících iontů rozkládá. Při rozkladu dochází k tvorbě těkavých i netěkavých látek. Netěkavé látky zůstávají na povrchu vzorku, čímž tvoří nově deponovaný materiál, kdežto těkavé látky opouštějí povrch vzorku a jsou odsáty vakuovým systémem mikroskopu. Deponovaný materiál však není zcela čistý. Jedná se o směs požadované látky s částí rozkladných produktů, které při tvorbě nové vrstvy nedesorbovaly. Taktéž dochází k promíchání s atomy vzorku, čímž vzniká poměrně složitá směs.

Jak již bylo zmíněno, depozici ovlivňuje velké množství parametrů. V první řadě je třeba zmínit tok plynného prekurzoru. V případě příliš malých toků dochází přednostně k odprašování atomů vzorku vlivem malého množství adsorbovaných molekul prekurzoru na povrchu vzorku. V případě užití příliš velkých toků plynu v principu nedochází k žádným nežádoucím jevům. Dochází pouze k zbytečnému plýtvání prekurzorem, protože se většina tohoto materiálu nestihne nasorbovat na vzorek. Tím pádem nemůže dojít k depozici materiálu a výchozí sloučeniny jsou přicházejí vniveč.

Adsorpce plynu se dá i dále ovlivňovat:

1. Výškou, do které umístíme špičku kapiláry nad vzorek, snadno regulujeme množství adsorbovaného plynu. S rostoucí vzdáleností mezi kapilárou a vzorkem klesá tok prekurzoru k povrchu vzorku potažmo lokální parciální tlak v okolí.
2. Malou vzdáleností mezi iontovým svazkem a špičkou kapiláry můžeme negativně ovlivnit svazek v důsledku existence elektrických polí, které mohou iontový svazek defokusovat či odchylovat.
3. Teplotou prekurzoru ovlivníme rychlost toku plynu – zvyšující se teplota zvyšuje tok plynu a snižuje možnost adsorpce na povrch.

Dalším ovlivňujícím parametrem je průměr stopy iontového svazku (spot size) ve spojení s proudem ve svazku (beam current). Tato dvě nastavení dávají hustotu iontového proudu ve svazku. Výsledná expoziční dávka je poté dána hustotou proudu a parametrem označovaným jako „dwell time“. Jedná se o časový interval, během kterého svazek při „expoziční vzorku“ setrvává na každém obrazovém bodu tvořené struktury. Tyto body jsou definovány řídicí elektronikou na základě velikosti stopy iontového svazku. Optimální hustota proudu pochopitelně závisí na vlastnostech a struktuře výchozích sloučenin. Při nízkých hustotách je rozklad prekursoru pomalý a tím se zpomaluje i depoziční čas. Velké hustoty proudu vedou krom depoziace atomů k odprašování materiálu z povrchu vzorku, což může v extrémních případech zcela převládat nad depoziací.

Pro způsob rastrování svazku po vzorku se definuje tzv. překryv (overlap), případně jeho „převrácená“ hodnota označovaná jako „spacing“. Jedná se o parametr, který, jak sám název napovídá, definuje překryv jednotlivých stop vykreslovaných svazkem. Nastavení hodnoty překryvu zpravidla bývá rozdílné, jestliže se snažíme zobrazovat, odprašovat a nebo deponovat strukturu. Definice tohoto parametru bývá udávána jako procentuální rozdíl průměru svazku (D) a vzdálenosti vykreslovaných stop (S). Toto můžeme vyjádřit rovnicí [14]:

$$OL = \frac{D - S}{D}, \quad (2.1)$$

kde OL je překryv jednotlivých stop.

Rastrování samotné poté probíhá od bodu k bodu, čímž dojde k vytvoření celé struktury. Po ukončení rastrovacího cyklu se svazek vrací na počátek a rastrování provádí znovu po stejné „dráze“. Tento cyklus je stále opakován dokud se nedosáhne požadovaných hodnot zadaných uživatelem. Časovou náročnost rastrovacího procesu ovlivňuje především dwell time a celkový počet vykreslovaných stop. Je to dáno skutečností, že čas, potřebný k „zablankování“ iontového svazku a jeho přesunutí na další obrazový bod, je ve srovnání s časem expozice zanedbatelný. Proto, máme-li definovanou strukturu celkovou plochou (S_{struk}) a velikost iontového svazku, je čas, potřebný na jednu expozici celé struktury, dán rovnicí [[14]:

$$t = \frac{t_{dwell} S_{struk}}{(D(1 - OL))^2}, \quad (2.2)$$

kde t_{dwell} je čas expozice obrazového bodu.

Iontové odprašování metodou FIB

Odborná literatura (např. [27], [28], [29], [30], [31]) taktéž často hovoří o vlivu připouštění plynu na rychlost odprašování. Obecně lze říci, že na příklad voda

vnášena do prostoru bombardu zrychluje odprašování organických látek (např. plexikla či teflonu), kdežto v případě kovů dochází k snížení rychlosti odprašování. Zmíněný pokles rychlosti odprašování kovů může být dán skutečností, že ionty ze zdroje jsou nejprve rozptýleny na molekulách vody. Při tomto rozptylu dochází ke ztrátě části energie a proto při následném průniku do kovu je energie iontů menší než-li v případě vodou nerozptýlených projektilů, což vede k popisovanému poklesu odprašovacích rychlostí. Taktéž vstupuje do hry skutečnost, že voda nemusí s danými kovy či jinými materiály tvořit těkavé produkty. Tyto produkty poté nemají snahu opustit povrch vzorku, čímž dojde k výslednému snížení odprašovací rychlosti. V neposlední řadě může docházet k tvorbě produktů, které jsou dokonce pevněji vázány k povrchu vzorku.

V případě urychlení odprašování organických látek se patrně jedná o jejich vodou usnadněný rozklad. Tento jev má v konečném důsledku větší vliv, než-li snižování energie iontů ve svazku. Při interakci mezi iontovým svazkem a molekulami plynu adsorbovanými na povrchu vzorku dochází k promíchávání molekul plynu a atomů ve vzorku, čímž dochází ke vzniku „reaktivní směsi“. V této směsi dochází ke vzniku produktů, které mohou být díky své těkavosti či tenzi par snadno odstranitelné z povrchu vzorku. Rychlost odprašování mohou ovlivňovat i další plyny – v případě odprašování křemíku můžeme zvýšit rychlost připouštěním halogenů. Ty nejprve reagují s povrchovými atomy, čímž dojde k oslabení zbylých vazeb. Atomy s oslabenými vazbami jsou poté snadněji odstranitelné i při nižších energiích ve svazku. Dalším aspektem zrychlení je skutečnost, že halogenidy křemíku jsou obecně těkavé látky, které se snadno odstraňují desorpcí z povrchu. Pomocí halogenů je možné urychlit odprašování prakticky jakýchkoliv prvků či sloučenin. Jedinou podmínkou je, aby daný prvek/sloučenina s halogeny tvořil těkavé plynné produkty.

2.3 Litografie

Litografie se ve fyzikálních procesech a průmyslových aplikacích používá pro přípravu velmi malých struktur. Existuje více druhů litografických postupů, jejichž použití závisí na zamýšlené aplikaci. Principem tvorby struktur je expozice či jiné ovlivnění materiálu (např. mechanické), který tak mění své vlastnosti či strukturu oproti neovlivněné části. Tyto dvě odlišné formy jsou poté chemicky „rozlišitelné“ a je možné se selektivně oddělit. Expoziční tvorba struktur využívá UV a RTG záření, elektronů či iontů. V případě UV a DUV litografie, stejně i RTG litografie, je nejprve zhotovena maska, která je obrazem zamýšlené struktury. Přes ni je exponována vrstva rezistu nanesená na substrát. Oproti tomu elektronová a iontová litografie nevyžaduje fyzickou existenci masky pro tvorbu struktur. Tato výhoda je ovšem vykoupena větší

časovou náročností expozičního procesu.

2.3.1 Základní principy elektronové litografie

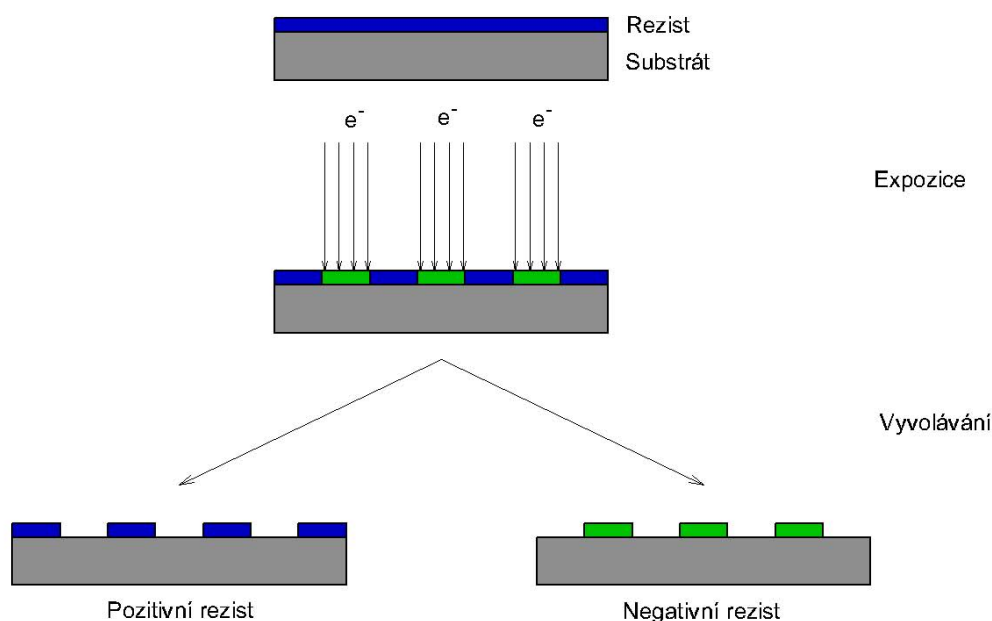
Počátky použití elektronové litografie pro tvorbu mikro- a nanostruktur sahá doby krátce po rozšíření rastrovacích elektronových mikroskopů. Téměř od počátku dosahuje elektronová litografie (Electron Beam Lithography) rozlišení, které se pohybuje na hranici 100 nm [2] a s postupným vývojem tato hranice klesá (~ 10 nm [5]). EBL využívá standardních elektronových zdrojů pro přímou tvorbu mikro- a nanostruktur. Limity rozlišení jsou stejně jako u zobrazování dány vlastnostmi zdroje elektronů i fokusační optikou. Existují dva typy elektronových litografií – upravené standardní elektronové mikroskopy a specializované přístroje, které jsou určeny pouze pro litografické experimenty. Přímou tvorbou struktur je myšlen postup, při kterém odpadá nutnost použití „předtiskových“ či „předvrtaných“ masek jako v případě UV litografie. Zamýšlená struktura je tvořena rastrováním elektronovým svazkem po povrchu vzorku. Rastrování může být dvojího druhu.

1. Dochází k rastrování po celé ploše vzorku, přičemž v oblastech, které nemají být exponovány, dojde k zablankování svazku a tím k zabránění expozice.
2. Nastavení rastrované plochy je dáno pouze exponovanou strukturou, což vede ke značné úspoře času, potřebného na expozici.

Pro „zapsání“ struktury na povrch vzorku je nutné použít vhodného média tzv. rezistu. Rezisty jsou obvykle organické polymery, které po expozici elektronovým svazkem mění svoji strukturu. Změna struktury je dána interakcí molekul rezistu s primárními elektrony, což má za následek vzniku iontů, volných radikálů a sekundárních elektronů. Tyto aktivní částice mohou vyvolat následné chemické reakce, které zapříčiňují výše zmíněnou strukturní změnu. Změněná struktura polymeru má odlišné fyzikálně-chemické vlastnosti oproti nezměněné a proto je možné selektivně odstranit pouze jednu ze zmíněných forem. Nanášení rezistů se nejčastěji provádí metodou spin coating, která spočívá v umístění vzorku na rychle rotující kotouč. Rychlá rotace vede ke vzniku souvislé homogenní vrstvy polymeru. Pro dokončení je obvykle potřeba takto připravenou vrstvu vysušit. Optimální parametry pro nanášení rezistů (čištění substrátů, teploty pro vytvrzení, časy vypékání) udávají výrobci v příslušných příručkách.

Při expozici může dojít k „vytvrzení“ polymeru (zesíťování), což vede k netečnosti dané části rezistu (exponované zamýšlené struktury) vůči vyvolávacím chemikáliím. Taková struktura po vyvolání zůstává na povrchu vzorku a daný typ rezistu se označuje jako negativní. Dochází-li při expozici polymeru k potlačení jeho odolnosti

vůči vyvolávacímu činidlu (částečný rozklad polymerního řetězce), což vede k odstranění elektrony ozářené části rezistu při vyvolávání, je daný rezist označován jako pozitivní. Další postup tvorby struktur závisí na zamýšlené aplikaci, použitých rezistech a materiálech, na kterých je struktura tvořena. Je možné použít napařování či naprašování atomů, pro přímou tvorbu struktur (aditivní procesy); leptání pro přenesení struktury do podkladu pro následné zpracování (subtraktivní procesy) a další postupy. Pro lepší pochopení tvorby struktur pomocí litografie je na obrázku 2.11 uvedeno schéma popisující jednotlivé kroky přípravy.



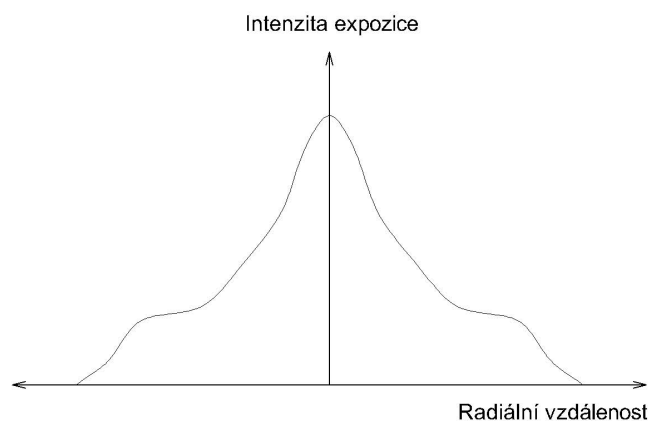
Obrázek 2.11: Schéma výroby struktur pomocí elektronové litografie.

2.3.2 Limity elektronové litografie

Použití elektronů pro expozici materiálu má mnohé výhody. Na příklad lze jmenovat malou vlnovou délku (pod hranici UV záření), která je dána urychlovacím napětím aplikovaným na elektronový svazek. Malá vlnová délka umožňuje získat struktury s větším rozlišením, než by bylo možné při použití standardní fotolitografie. Elektrony také díky své nízké hmotnosti nepůsobí materiálové změny substrátu a proto nedochází k ovlivnění jeho kvality.

Vlivem interakce elektronového svazku se substrátem ovšem dochází k tvorbě sekundárních a zpětně odražených elektronů. Ty mají za následek zvětšení efektivní stopy svazku, což bývá označováno jako proximity efekt [32]. Vlivem pro-

dukce BSE dochází k opětovné expozici rezistu, který byl ozářený primárními elektrony ve svazku. Taktéž může být exponován rezist mimo stopu svazku. Tato dodatečná expozice zvětšuje stopu a také vede k nerovnoměrné expozici rezistu napříč vytvářenou strukturou. Nerovnoměrná expozice je dána „efektivním tvarem elektronového svazku“, který je díky proximity efektu deformován z Gaussovského na zvonovitý (viz Obrázek 2.12). Do hry také vstupuje celková expoziční dávka, kterou byly jednotlivé obrazové body ozářeny. Je snadné si představit, že jednotlivé pixely nejsou exponovány pouze dávkou jim určenou, ale i dodatečnými dávkami, které plynou z expozice okolních bodů. Nerovnoměrnosti expozice poté vznikají na okrajích struktury a v jejich blízkosti, které jsou v porovnání se středem struktury podexponované (stejně tak můžeme prohlásit střed struktury za přexponovaný). Ke znázornění rozdílů mezi expozicí v jednotlivých místech struktury se někdy používá tzv. distribuce expoziční dávky (Exposure Intensity Distribution). Negativní vliv proximity efektu je velmi dobře patrný při tvorbě struktur, které jsou blízko u sebe (v porovnání s velikostí rozšířením svazku vlivem tohoto efektu). V takovém případě je exponována i oblast, která tvoří předěl mezi strukturami a v nejkrajnějším případě může dojít k úplnému spojení vytvářených struktur.



Obrázek 2.12: Schéma výroby struktur pomocí elektronové litografie.

Vzhledem se skutečnosti, že proximity efekt je dán rozptylem elektronů, lze vyvodit jednoduché závěry o jeho ovlivnění. V první řadě lze proximity efekt potlačit použitím velmi vysokého urychlovacího napětí (~ 100 kV). Při vyšších energiích dopadajících elektronů dochází k jejich rozptylu do menších prostorových úhlů, čímž se snižuje efektivní stopa svazku. Dalším důležitým aspektem rozptylu je materiál substrátu. Je známo, že vyšší hustota materiálu vede k nárůstu zpětně odražených elektronů. Proto je vhodnější, je-li to možné, používat substráty o nižší hustotě. V neposlední řadě je třeba dbát na tloušťku vrstvy rezistu. Větší tloušťky materiálu

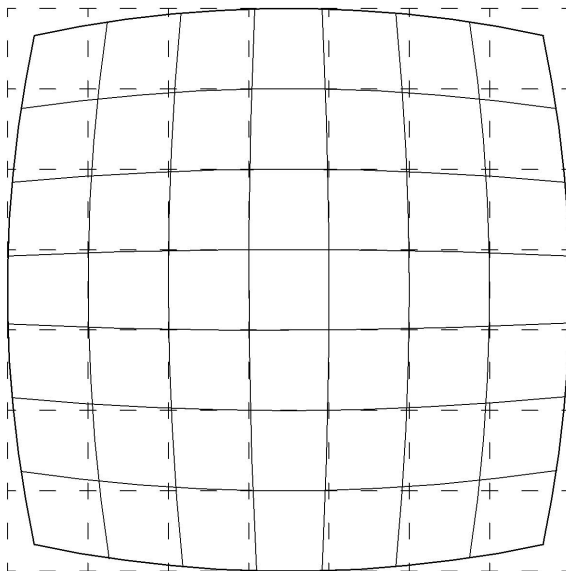
obecně vedou k větším rozptylovým úhlům, což vede k expozici rezistu dále od stopy svazku.

Druhou možností potlačení proximity efektu je, paradoxně, použití velmi malého urychlovacího napětí [33]. V tomto případě je nutné zajistit, aby tloušťka vrstvy rezistu byla srovnatelná s hloubkou průniku primárních elektronů. Kvalitu připravených struktur, krom proximity efektu, dále ovlivňuje struktura rezistu, samotný proces vyvolávání a vady optické soustavy.

Pro redukci vlivu proximity efektu při dané hodnotě energie elektronů ve svazku byly vyvinuty tři základní metody – korekce dávky (dose correction), kompenzace velikosti struktur (pattern size compensation) a kompenzace expozicí pozadí (background exposure compensation) [34]. Korekce expoziční dávky je nejčastěji používanou a zároveň nejúčinnější technikou, která spočívá v přizpůsobení expoziční dávky v různých částech vytvářených struktur, aby došlo k rovnoměrné distribuci expoziční energie na ploše struktur. Pro složitější struktury byly vyvinuty výpočetní metody, které určí správnou korekci. Korekce velikosti struktur se používá pouze pro jednoduché tvary a geometrické uspořádání. Jedná se o jednoduchou a rychlou metodu používanou v případě, že je zamýšlená struktura tvořena periodickým opakováním stejného tvarového motivu. Metoda je založena na zmenšení (ztenčení) velikosti modelových struktur, které jsou v blízkosti středu obrazce, potažmo na zvětšení těch struktur, které jsou na okrajích vytvářeného pole. Metoda kompenzace expozicí pozadí, označovaná též jako „GHOST“, je založena na použití dvojí expozice během litografického procesu. V prvním kroku dochází k expozici zamýšlených struktur. Druhý expoziční krok spočívá v ozáření celé plochy substrátu/rezistu, aby došlo ke kompenzaci nerovnoměrné expozice. Expozice musí být provedena „reverzně“ vzhledem k první, čili dávka na neozářených částech vzorku musí být větší, než na částech ozářených. Výsledný součet použitých dávek vede k rovnoměrné distribuci expoziční energie.

Krom proximity efektu mají na kvalitu exponovaných struktur vliv i další klasické chyby elektronových mikroskopů jako sférická či chromatická aberace a astigmatismus. Těmito vadami jsme se zabývali výše proto je nebudeme detailně rozebírat. Zmíníme se pouze o výsledku, čili o zkreslení požadované struktury. Ke zkreslení může dojít i v případě, že se podařilo veškeré vady dokázali eliminovat na požadovanou úroveň. Je známo, že míra aberací je dána vzdáleností svazku od optické osy. Proto při vytváření velkých struktur může dojít ke značnému zkreslení, které se označuje jako soudkovitost (viz Obrázek 2.13). Soudkovitost vzniklá při tvorbě velkých struktur může mít i další příčiny. Nejčastěji se jedná o nepřesné nastavení směru svazku, který nekopíruje zadanou strukturu. To má za následek „zaoblení“ okrajů, či vznik parazitních exponovaných míst v blízkosti vytvářených struktur. Tato chyba vzniká v důsledku náhlé změny parametrů vychylovací sou-

stavy, při „skoku“ svazku na velkou vzdálenost. Soudkovitost či parazitní obrazce mohou být potlačeny nastavením parametru označovaného jako settle time. Tento parametr udává čas, po který řídicí elektronika nastavuje novou polohu svazku.



Obrázek 2.13: Schéma výroby struktur pomocí elektronové litografie.

Důležitými vlastnostmi rezistů, které musí být brány v úvahu při plánování litografického procesu, jsou termální stabilita, adheze k substrátu a případně odolnost vůči leptacím procesům. Termální stabilita je podstatná v případě, že kroky následující po litografii jsou napařování či chemické leptání substrátu. Adheze mezi rezistem a vzorkem pochopitelně ovlivňuje výsledné uspořádání struktur a souhlas mezi požadovaným a výsledným tvarem vytvářených objektů. V neposlední řadě je třeba brát v úvahu tloušťku připraveného rezistu s přihlédnutím k výsledné tloušťce připravovaných struktur. Tloušťka rezistu se ovlivňuje parametry nanášení při spin coatingu. Největší vliv má rychlost rotace vzorku, často ruku v ruce se zrychlením, a hustota polymerního roztoku. Tloušťka rezistové vrstvy má krom vlivu na kvalitu připravovaných struktur i vliv na použité parametry expozice. Je nasnadě, že tenčí vrstvy vyžadují menší expoziční dávky oproti vrstvám tlustším.

2.3.3 Rezisty používané v elektronové litografii

Nejčastěji používaným rezistem je poly(methyl–metakrylát) (PMMA) [35], známý též jako plexisklo. Poprvé byl použit na konci 60. let [36]. Jedná se o jednosložkový rezist s variabilní molekulovou hmotností polymerních řetězců. Běžně dosažitelné rozlišení toho rezistu je cca 10 nm pro pozitivní a 50 nm pro negativní mód [2], [37]. Další běžně používané pozitivní rezisty jsou např. poly(but-1-en-sulfonát) (PBS),

poly(2,2,2-triflourethyl- α -chloroakrylát) (EBR-9) [5], [38], [39], mezi komerční negativní rezisty poté řadíme Microposit SAL601, NEB-31, SU-8, kopolymery methyl- a ethyl-akrylátu [2], [5]. Tyto se obvykle vyznačují dobrým rozlišením a teplotní stabilitou.

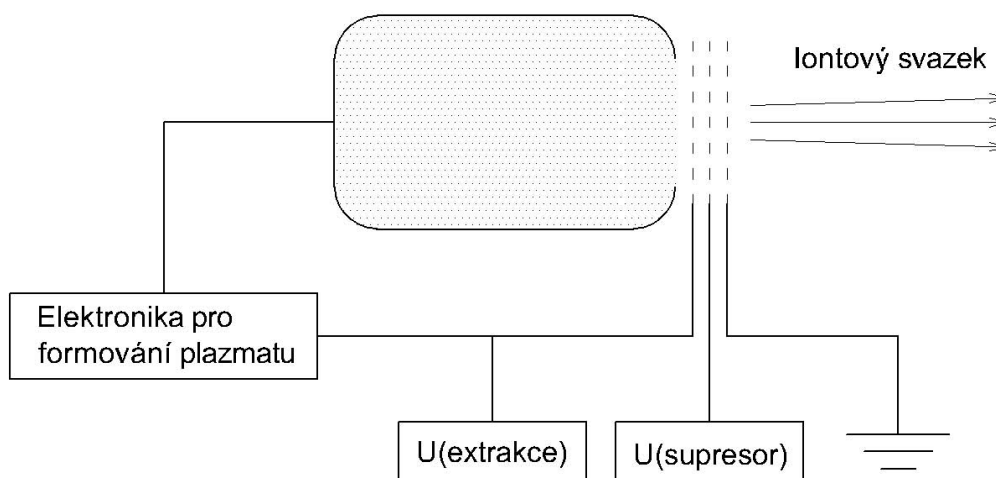
V praxi se využívají i další typy rezistů, například vícesložkové rezisty, které byly vyvinuty pro zvýšení citlivosti, či vícevrstvé rezisty, které se využívají, je-li třeba vyhladit povrch substrátu či „vyzvednout“ deponovanou vrstvu.

2.4 Depozice tenkých vrstev

Pro depozici tenkých vrstev se v praxi používá široká škála přístrojové techniky. Jedná o přímou depozici prvků pomocí iontových zdrojů či nanášení materiálů vlivem odprašování či odpařování atomů terče. Pro odpařovací techniky se běžně používá elektronový nebo vysokoenergetický laserový svazek, který v zásobníku (odolný kelímek z inertního materiálu) roztaví nanášený materiál. Naprašovací zdroje obvykle využívají iontů o vysokých energiích, které bombardováním pevných terčů odprašují příslušný materiál. Svazek odprašených či odpařených atomů poté putuje k vzorku, na kterém dochází k jeho „zachycení“.

Nejčastěji používané zdroje pro naprašovací techniky jsou založeny na plazmových generátorech. Plazma ve zdrojích je generována pomocí elektrod, na kterých je vysoké napětí $\sim 10^2 - 10^3$ V. Podle tvorby plazmatu dělíme zdroje na elektron srážkové, plazmatronové, „field ionisation“ zdroje a magnetronové [40]. Elektron srážkové zdroje pro produkci elektronů využívají žhavené vlákno. Plazmatrony či duoplazmatrony jsou založeny na obloukovém výboji, který produkuje ionty. využívají Zdroje označované jako field ionisation využívají elektrického pole o vysoké intenzitě pro odtržení elektronu z valenční slupky atomů, čímž dochází k přímé tvorbě iontů. V magnetronových zdrojích, někdy též označovaných jako mikrovlnné iontové zdroje, se pro tvorbu plazmatu využívá silného mikrovlnného generátoru. Ionty produkované zdrojem putují k extrakčním mřížkám, které je urychlují v požadovaném směru. Energie částic ve svazku je dána rozdílem napětí extraktoru a terče/depoziční komory. V obvyklých zařízeních je depoziční komora uzemněna a proto je energie iontů ve svazku dána přímo hodnotou potenciálu extrakčních elektrod. Extrakční elektrody dále ovlivňují tvar a velikost výsledného iontového svazku. Nejobvyklejší uspořádání extrakčních systémů spočívá ve dvou a tří elektrodovém zapojení. U dvuelektrodové zapojení má první elektroda stejný potenciál jako zdroj a druhá elektroda je na potenciálu depoziční komory (obvykle nula). Díky tomu jsou ionty urychlovány v prostoru mezi oběma elektrodami. Oproti tomu v tříelektrodovém zapojení je mezi plazmovou a zemnicí elektrodu vložena tzv. supresorová elektroda,

která je na negativním potenciálu. Tato plní funkci ochrany plazmového zdroje proti vnikání elektronů z depoziční komory. Dané uspořádání má dále za následek urychlení iontů mezi plazmovou a supresorovou elektrodou a následné zpomalení mezi supresorem a zemnicí elektrodou. Pro velmi velká urychlovací napětí mohou být do systému přidány i další elektrody, které slouží pro lepší definování urychlovacího pole. V praxi se též místo elektrod užívá mřížek četných velikostí a tvarů. Výsledné schéma iontového zdroje poté může vypadat následovně (viz Obrázek 2.14).



Obrázek 2.14: Schéma plazmového iontového zdroje (dle [41]).

Ionty extrahované z plazmových zdrojů mohou být různých druhů, od mono- či víceionizovaných iontů plynů (He^+ , Ar^+ , Ar^{2+}) a molekul (N_2^+) až po ionizované atomy kovů (Ga^+ , U^+). Pro úspěšné fungování zdroje je nutné znát základní parametry daného plazmatu.

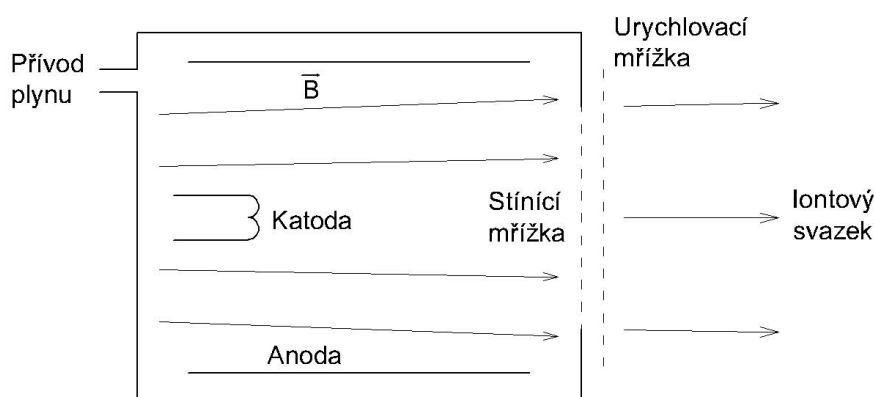
Vlivem přítomnosti plynu v depoziční komoře může docházet k výměně náboje mezi urychlenými ionty a neutrálními atomy/molekulami. To má za následek pokles iontového proudu ve svazku. Druhou skupinou jevů, které ovlivňují iontový proud je přítomnost sekundárních elektronů, které vznikají při kolizi iontů s materiálem elektrod či terče. Tyto pomalé elektrony mohou také neutralizovat ionty ve svazku. Přítomnost víceionizovaných atomů ve svazku vede k rozdílu mezi iontovým a částicovým proudem.

Při konstrukci iontových zdrojů se klade hlavní důraz na možnost získání velkých iontových proudů a co nejmenšího rozptylu (divergence) svazku. Iontový proud je dán nejen typem iontů v plazmatu ale i extrakčními členy a jeho hlavním limitem je tzv. prostorový náboj. Divergence svazku je nejvíce ovlivněna podmínkami extrakce.

K extrakci v plazmovém zdroji dochází z tzv. menisku. Tvar menisku přímo ovlivňuje výsledný tvar svazku iontů a lze jej ovlivňovat např. hustotou plazmatu ve zdroji.

Prvním širokosvazkovým zdrojem iontů bylo zařízení H. R. Kaufmana. Daný zdroj pojmenovaný po svém konstruktérovi využívá vícečlenného optického systému pro extrakci a fokusaci iontů. Vzhledem k tomu, že míra optických vad roste s velikostí zdroje, je nutné používat více členů v systému. Kaufmanův zdroj byl později G. W. Hamiltonem (1968) pozměněn pro produkci neutrálních svazků. Většina iontových zdrojů je založena na ionizaci plynu pomocí srážek s elektrony (tzv. electron impact zdroje). Mezi tyto se řadí mnohé konstrukce využívající výboje v plynu, žhavených i studených katod a vysokofrekvenčního plazmatu.

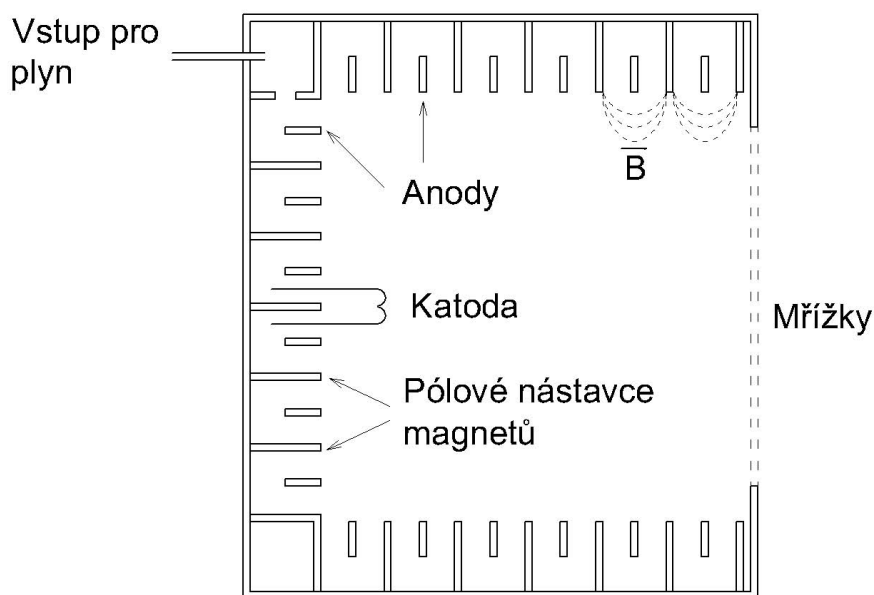
Součástí naprašovací aparatury, kterou jsme měli k dispozici je iontový zdroj Kaufmanova typu využívající argonu pro produkci iontů. Tento zdroj je tvořen žhavenou katodou, která produkuje elektrony. Ty, pochopitelně, putují ve směru anody. Anoda je obvykle válcového tvaru a je umístěna blízko stěn výbojové komory. Pro zvýšení účinku ionizace plynu přítomného ve výbojové části je pomocí vnějšího magnetického pole zakřivena (a tím i prodloužena) dráha elektronů. Ty mají proto větší pravděpodobnost srážky či srážek s molekulami plynu. Tato úprava je nutná z důvod nízkého tlaku plynu ve výbojové komoře, který má za následek, že střední volná dráha pro ionizaci atomů plynu je mnohem větší než rozměr komory samotné. Jednoduché schéma iontového zdroje kaufmanova typu je na následujícím obrázku.



Obrázek 2.15: Iontový zdroj kaufmanova typu s axiálním polem (dle [42]).

Kaufmanův zdroj s axiálním magnetickým polem je vhodný pro svazky o maximálním průměru do 10 cm. Při větších průměrech není iontový svazek dostatečně homogenní.

Pro získání iontového svazku s větším průměrem a homogenním rozložením náboje je nutné upravit konstrukci ionizační komory. Tato úprava spočívá ve změně tvaru magnetického pole, které zapříčiňuje větší pravděpodobnost srážek. Tato úprava spočívá v použití několika anod, které přitahují elektrony produkované žhavenou katodou. Každá z anod je umístěna mezi pólové nástavce magnetů, které v jejich okolí vytváří silné magnetické pole. Díky této úpravě je magnetické pole ve většině objemu ionizační komory nulové nebo velmi slabé, což vede k rovnoměrnějšímu rozložení produkce iontů. Popsaná konstrukce se označuje jako „multipole field“. Průřez danou konstrukcí je uveden na následujícím obrázku (2.16).

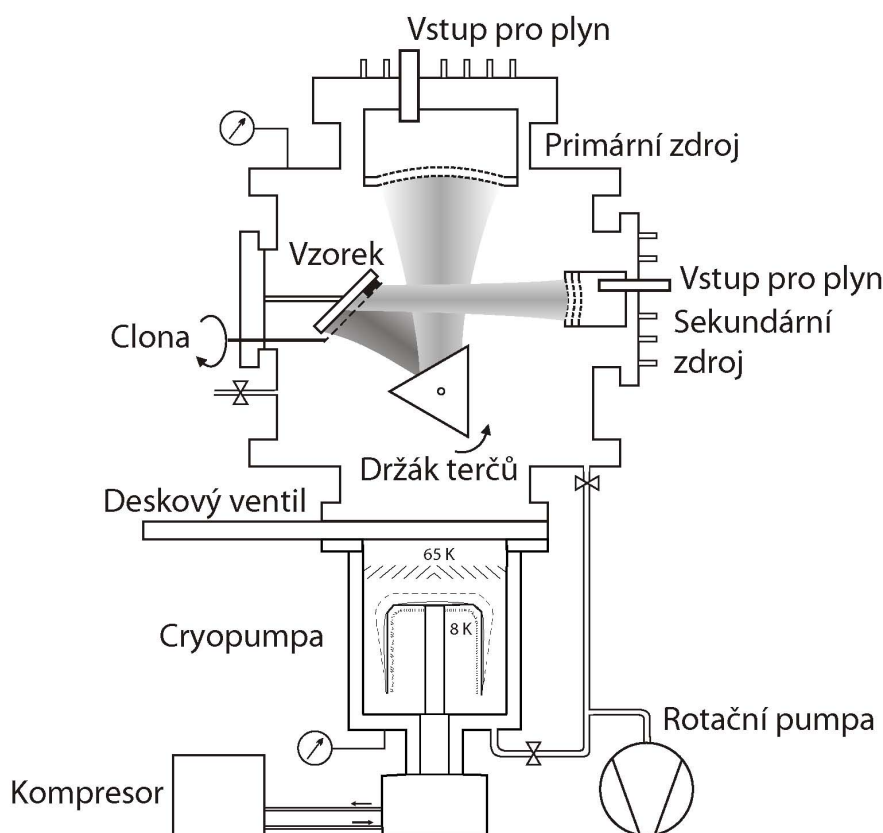


Obrázek 2.16: Schéma iontového „multipole field“ zdroje (dle [43]).

2.4.1 Depoziční aparatura

Depoziční aparatura, která byla používána pro depozice materiálů, je tvořena dvěma širokosvazkovými zdroji kaufmanova typu. Primární svazek o energii 600 eV slouží k odprašování atomů či molekul z terčů, sekundární zdroj poté může být použit pro modifikaci deponovaných vrstev. Zkušenosti ukazují, že použití iontového naprašování (Ion Beam Sputtering) v kombinaci se sekundárním iontovým svazkem (Ion Beam Assisted Deposition) vede ke vzniku lépe definovaných rozhraní u multivrstev. V závislosti na použitých sekundárních iontech je také možné chemicky změnit připravovanou vrstvu. Sekundární iontový zdroj může být dále použit pro řízenou oxidaci vrstev pouhým připouštěním kyslíku do depoziční komory. V tomto případě

nemusí být daný zdroj v provozu, čili neslouží pro produkci iontů. Schéma celé depoziční aparatury je na obrázku 2.17.



Obrázek 2.17: Depoziční aparatura s dvojicí iontových zdrojů (s laskavým svolením M. Urbánka).

Jak je patrné z obrázku, konstrukce aparatury umožňuje depozice až 3 různých materiálů, aniž by muselo dojít k otevření depoziční komory. Pracovní tlak při depozicích se pohybuje v řádech 10^{-4} mbar, přičemž před každou depozicí je celý prostor aparatury čerpán cryopumpou na tlak v řádech $10^{-8} - 10^{-7}$ mbar. Cryopumpa, jak sám název napovídá, pracuje na velmi nízkých teplotách a principem její funkce je sorpce atomů na chlazených roštích. Vlivem sorpce dochází k poklesu koncentrace atomů v okolí roštů a tím i k tlakovému gradientu, který v důsledku difúzních zákonů vede k transportu plynů do cryopumpy.

2.5 Elektrotransportní vlastnosti

Elektrotransportní vlastnosti materiálů jsou od objevů elektřiny jako takové důležitou charakteristikou. Základním pojmem mezi těmito vlastnostmi je elektrický odpor

R . Ten je konstantou úměrnosti mezi elektrickým proudem a napětím

$$U = R I. \quad (2.3)$$

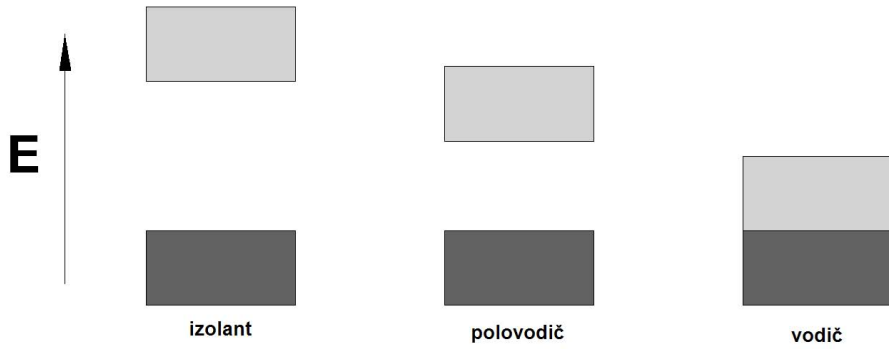
Tato lineární závislost (Ohmův zákon, 1827) však neplatí všeobecně. Pro materiály, které mají konstantní odpor při dané teplotě, se vžilo označení ohmické. Odpor materiálu je jeho charakteristickou vlastností a je dán nejen strukturou, ale i tvarem. Pro charakterizaci materiálu je však odpor poněkud nešikovnou veličinou – jak již bylo zmíněno, jeho velikost závisí i na tvaru daného materiálu. Proto se používá tzv. měrný odpor ρ , který je na tvaru nezávislý a lze jej vyjádřit ve formě

$$\rho = \frac{R S}{l}, \quad (2.4)$$

kde S je průřez vodiče čili plocha, kterou prochází elektrický proud a l je délka daného kusu materiálu. Často se při charakterizaci vlastností materiálů udává i převrácená hodnota odporu a měrného odporu, tzv. vodivost (G) a specifická vodivost (σ). Obvyklé hodnoty měrného odporu (specifické vodivosti) kovů se pohybují v řádech $10^{-8} - 10^{-7} \Omega \text{ m}$ ($10^6 - 10^7 \Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$) [45]. Na základě měrné vodivosti rozdělujeme materiály na vodiče ($\sigma > 10^4 \Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$), polovodiče ($10^{-3} \Omega^{-1} \text{ m}^{-1} > \sigma > 10^4 \Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$) a izolanty ($\sigma < 10^{-3} \Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$). Elektrotransportní vlastnosti se dají určit z tzv. I-V křivky, která je naměřenou závislostí proudu na napětí. Sklon dané křivky poté udává hodnotu odporu.

Rozdíly mezi vodiči a izolanty bývají vysvětlovány na základě jejich elektronové pásové struktury (viz Obrázek 2.18). Ve vodivých materiálech není valenční elektronový pás zcela zaplněn. Proto nejsou tzv. valenční a vodivostní pás odděleny pásem zakázaných energií. Tato skutečnost vede k možnosti volného pohybu elektronů v pásu a má proto za následek elektrickou vodivost. V případě izolantů, je valenční pás zcela zaplněný elektrony. Ve vodivostním pásu se proto nevyskytují žádné volné elektrony. Toto platí pouze pro teplotu 0 K. V případě, že zakázaný pás má malou šířku ($\sim 3 \text{ eV}$), jedná se o polovodivé materiály, které mají tu vlastnost, že jejich odpor s teplotou klesá. To je dáno možností přeskočení elektronu z valenčního do vodivostního pásu vlivem termální energie elektronů. Naproti tomu elektrický odpor vodičů s teplotou roste v důsledku větších kmitů iontů ve struktuře. Tento nárůst lze vysvětlit dvěma způsoby. V případě korpuskulárního charakteru elektronů můžeme mluvit o srážkách s ionty. Díváme-li se na elektrony jako na vlny, pak mluvíme o rozptylu daných vln na iontech.

Korpuskulární představa o pohybu elektronů ve vodičích vychází z tzv. Drudeho modelu [46] (1900, *Annalen der Physik* 1). Ten je založen na představě o a) volných elektronech v materiálu, tzv. ideální elektronový plyn, b) nulové střední hodnotě



Obrázek 2.18: Pásová struktura materiálů.

termální rychlosti elektronů ($\langle v_T \rangle = 0$), c) nepohyblivé iontové struktury. Pohyb elektronu, na který působí vnější elektrické pole silou, je dán rovnicí:

$$m_e \frac{dv}{dt} + \gamma v = -e E, \quad (2.5)$$

kde m_e je hmotnost elektronu, v je driftová rychlost, e je náboj elektronu a E je intenzita elektrického pole. γv můžeme brát jako tzv. „třecí“ člen, přičemž γ lze vyjádřit (z ustáleného stavu - $v = v_f$ a $\frac{dv}{dt} = 0$) jako

$$\gamma = -\frac{e E}{v_f}. \quad (2.6)$$

Řešením rovnice (2.5) je

$$v = v_f e^{\frac{-t}{\tau}}, \quad (2.7)$$

kde τ je tzv. relaxační čas, který udává střední dobu mezi kolizemi a je roven

$$\tau = \frac{m_e v_f}{e E}. \quad (2.8)$$

Vyjádřením finální rychlosti v_f a dosazením do vztahu pro hustotu proudu

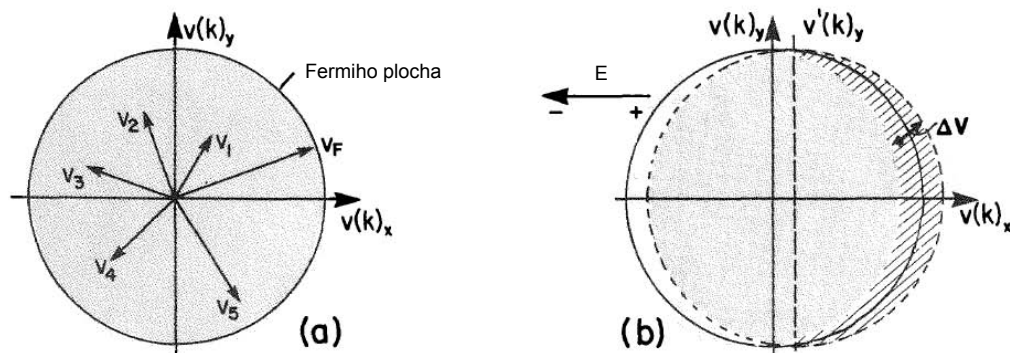
$$j = \sigma E = N_f v_f e = \frac{N_f e^2 E \tau}{m_e}, \quad (2.9)$$

kde N_f je počet volných elektronů na jednotku objemu, obdržíme vztah pro vodivost

$$\sigma = \frac{N_f e^2 \tau}{m_e}. \quad (2.10)$$

Lze dobře vidět, že vodivost roste s počtem volných elektronů i s relaxačním časem. Tento výsledek má však své limity. Je to dáno skutečností, že ne všechny valenční elektrony jsou zodpovědné za vodivost. V materiálu, na který není aplikováno

vnější elektrické pole, jsou směry a velikosti rychlostí elektronů navzájem kompenzovány, protože není žádný důvod preference jednoho směru pohybu. Vykreslíme-li všechny možné rychlosti elektronů, dostaneme kruh či kouli v závislosti na počtu uvažovaných dimenzí. Maximální možná rychlost se někdy označuje jako Fermiho rychlost a tvoří vnější obálku daného útvaru. Dojde-li k aplikaci vnějšího pole, je Fermiho koule posunuta ze své polohy, což má za následek, že nedochází k úplnému vykompenzování vektorů rychlosti elektronů (viz Obrázek 2.19).



Obrázek 2.19: Rychlosti elektronů v rovnovážném stavu (a) a po aplikaci vnějšího elektrického pole E (b) (převzato z [47]).

„Nevykompenzované“ elektrony (označené šrafov) způsobují pozorovaný elektrický proud. Nejvyšší energie, kterou mohou elektrony mít (platí pro $T = 0$ K) je tzv. Fermiho energie. Z teorie o hustotě stavů plyne, že největší zastoupení energií elektronů je na hladině E_F . Díky tomu pro excitaci na vyšší hladinu je potřeba pouze malé množství energie ΔE . Díky tomuto malému rozdílu je rychlost elektronů pouze nepatrně vyšší, než by byla pro Fermiho mez a proto je možné tuto rychlost aproximovat Fermiho rychlostí v_F . Pro proudovou hustotu poté platí

$$j = v_F e N'. \quad (2.11)$$

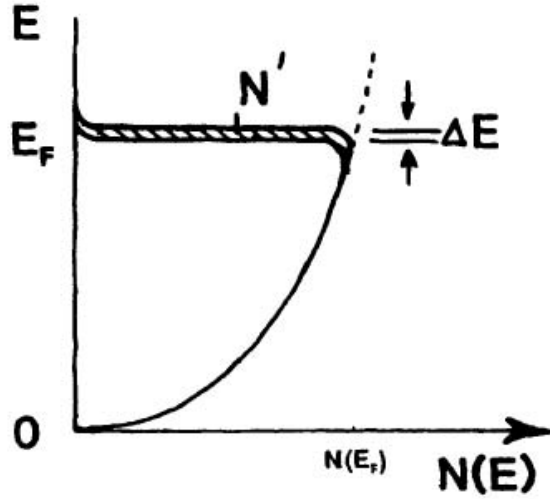
kde N' je počet nevykompenzovaných elektronů v jednotce objemu. Tato hodnota je pro snadnější pochopení znázorněna na následujícím obrázku.

Počet elektronů N' lze z obrázku vyjádřit jako $N' = N(E_F)\Delta E$, což pro proudovou hustotu dává

$$j = v_F e N(E_F) \Delta E. \quad (2.12)$$

Změnu energie vyjádříme v závislosti na změně vlnového čísla k jako

$$\Delta E = \frac{dE}{dk} \Delta k, \quad (2.13)$$



Obrázek 2.20: Obsazení energetických hladin blízko Fermiho energie. N' je populace vzniklá v důsledku aplikace vnějšího elektrického pole (převzato z [47]).

což ve spojení se vztahem pro energii elektronu

$$E = \frac{\hbar^2}{2m} k^2, \quad (2.14)$$

dává

$$\Delta E = \frac{\hbar^2 k}{m} \Delta k. \quad (2.15)$$

Vyjádříme-li k pomocí hybnosti p a tudíž pomocí rychlosti v_F dostaneme,

$$\Delta E = \hbar v_F \Delta k. \quad (2.16)$$

Pro proudovou hustotu poté platí

$$j = v_F^2 e N(E_F) \hbar \Delta k. \quad (2.17)$$

Interval Δk je možné určit z intenzity vnějšího elektrického pole pomocí silového působení jako

$$F = \frac{dp}{dt} = \hbar \frac{dk}{dt} = e E. \quad (2.18)$$

Pro dk potažmo Δk poté platí

$$dk = \frac{e E}{\hbar} dt \longrightarrow \Delta k = \frac{e E}{\hbar} \Delta t = \frac{e E}{\hbar \tau}. \quad (2.19)$$

Dosazením do rovnice (2.17) získáme

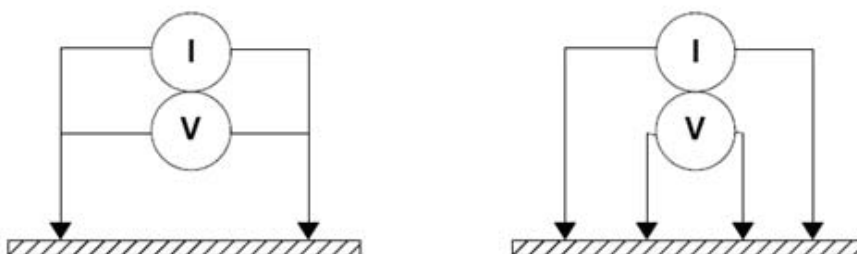
$$j = v_F^2 e^2 N(E_F) E \tau. \quad (2.20)$$

Elektrická vodivost poté nabývá vztahu

$$\sigma = v_F^2 e^2 N(E_F) \tau. \quad (2.21)$$

2.5.1 Čtyřbodová metoda měření vodivosti

Jednoduchou metodou měření vodivosti materiálů a struktur je tzv. dvoubodová metoda. Jedná se o připojení vnějšího zdroje proudu do měřícího obvodu a odečítání napětí na součásti, u které chceme znát odporovou charakteristiku. Tato metoda je použitelná téměř výhradně pro aplikace, ve kterých stanovujeme velké odpory ve srovnání s odpory přírodních kontaktů. Pro mikro- a nanostruktury je tato metoda problematická, protože může být zatížena značnou chybou. Z výše zmíněného důvodu byla vyvinuta tzv. čtyřbodová metoda měření. Čtyřbodová metoda byla vyvinuta roku 1916 pro geofyzikální měření odporu země F. Wennerem [48]. V 50. letech byla tato metoda „objevena“ i v polovodičovém průmyslu [49], [50] a začala se používat pro měření vodivosti waferů. Rozdíl mezi dvoubodovým a čtyřbodovým měřením vodivosti je znázorněn na následujícím obrázku.



Obrázek 2.21: Dvoubodová a čtyřbodová metoda měření vodivosti.

Dva externí kontakty zaopatřují proudové napájení dané struktury. Vnitřní dva kontakty poté měří reálnou hodnotu napětí na dané části obvodu. Měřená hodnota není zatížena chybami plynoucími z odporu kontaktů a vedení. Díky uspořádání měření je možné charakterizovat i tenké vrstvy na vodivých či nevodivých substrátech [51], [52]. O další rozvoj čtyřbodového měření se zasloužil L. J. van der Pauw [53], který pro potlačení chyb měření, které jsou způsobeny velikostí kontaktů, vynalezl novou geometrii. Pro potlačení termoelektrických vlivů při měření malých odporů se používá metoda při níž jsou naměřeny dvě hodnoty napětí na členu při opačné polaritě zdroje.

2.6 Nanostruktury připravené pomocí depozice z plynné fáze

V této kapitole podáme stručný přehled literárních pramenů, které se zabývají tvorbou struktur pomocí depozice z plynné fáze využitím vysokoenergetických elektronových a iontových svazků. Taktéž pohovoříme o dosažených úspěších, které byly

na daném poli dosaženy. Tyto metody se často označují jako EBID (Electron Beam Induced Deposition) a IBID (Ion Beam Induced Deposition) případně FIB-CVD.

2.6.1 Depozice pomocí iontového svazku

Depozice pomocí iontového svazku téměř výhradně užívají standardní fokusované Ga^+ svazky. Nejobvyklejší materiály, které se touto metodou nanášeny jsou platina a wolfram. V menší míře jsou prováděny pokusy s depozicí zlata, hliníku, mědi a dalších.

Platinové struktury

Příprava platinových struktur obvykle vychází z methyl-cyklopentadienyl-tri-methyl platiny ($\text{CH}_3\text{Cp}(\text{CH}_3)_3\text{Pt}$). Tato sloučenina má nízkou teplotu tání (30°C) a při teplotách nad 50°C se rozkládá [54]. Existují literární zdroje, které se zabývají vlivem depozičních parametrů na výsledné složení struktur. Často se též objevují studie úpravy připravených drátů, které vedou ke zlepšení vodivostních vlastností. Obvyklé urychlovací napětí, které se při depozicích používá, má hodnotu 30 kV.

Z těchto studií vyplývá [55], že depoziční rychlost (při dwell time 0,2 μs) je závislá na použitém proudu ve svazku. Je pochopitelné, že s rostoucím proudem rychlost depozice roste. Existuje však jistá hranice (nad 500 pA), kdy dochází k odprašování materiálu na úkor depozice. Proto je nutné dbát na nastavení parametrů. Složení připravených struktur je na proudu ve svazku téměř nezávislé a obvykle se pohybuje v následujících intervalech: Pt 20 – 30 %, Ga 10 – 15 %, C 50 – 65 %. Pro dodatečné zlepšení vlastností se používá žíhání struktur na teploty do 600°C v kyslíkové atmosféře. Při tomto žíhání dochází k rapidnímu úbytku uhlíku (obsah klesá až na jednotky procent) a nárůstu obsahu kyslíku (až na hodnoty kolem 45 %). Obsah platiny a galia při žíhání roste, přičemž pro platinu růst kulminuje při 350°C (30 – 35 %) a poté klesá až na hodnoty kolem 15 %. Obsah galia přitom vzroste až k hodnotám kolem 30 %. Vnitřní struktura je poté tvořena platinovými zrny, které jsou rozptýlené v matici z galiem dopovaného amorfního uhlíku.

Další zdroje [56] hovoří o vlivu depozičních parametrů na výslednou vodivost struktur. Pro stanovení vodivosti se používá čtyřbodová metoda měření. Tyto pokusy naznačují, že depoziční parametry (dwell time, energie iontů ve svazku) nemají prokazatelný vliv na výslednou vodivost. Vodivost se poté pohybuje v rozmezí $1 - 5 \cdot 10^{-3} \Omega \text{ cm}$. Taktéž se ukazuje, že depoziční parametry nemají vliv na výsledné složení struktur. Žíhání v dusíko-vodíkové (95 %:5 %) atmosféře nemá na výslednou vodivost či složení vliv. Tato skutečnost je patrně dána malou schopností použitého plynu oxidovat uhlík a tím snižovat jeho obsah ve strukturách.

Nekovové transportní vlastnosti připravených struktur jsou taktéž diskutovány [57]. Tato skutečnost je dána složením materiálu (30 % Pt, 70 % C), který je navíc kontaminovaný galiem z iontového svazku. Naměřený odpor drátu ($650 - 850 \Omega$) je srovnáván s tzv. VRH modelem (Variable Range Hopping), přičemž se ukazuje dobrá shoda mezi experimentem a teoreticky fitovanou závislostí.

Depoziční rychlost jako funkce dávky je probírána v [58]. Z pokusů plyne, že rychlost depozice s dávkou roste. Dávka se přitom pohybovala v intervalu $10^{16} - 10^{18} \text{ C cm}^{-2}$, dwell time byla nastaven na hodnotu $0,4 \mu\text{s}$ a použitý overlap byl 0 %.

Vliv proudu prekursoru na výsledné složení je diskutován v [59]. Z uvedených dat vyplývá, že obsah platiny v deponovaném materiálu se jen velmi málo mění (15 – 20 %) při změně proudu molekul prekursoru napříč hodnotami v rozmezí $2 - 14 \cdot 10^9 \mu\text{m}^{-2} \text{s}^{-1}$. Oproti tomu změny obsahu galia a uhlíku prokazují větší citlivost na proud prekursoru a s rostoucím proudem obsah galia klesá z 18 na 5 %, kdežto množství uhlíku roste z 65 na 75 %. Rozdíly ve složení materiálu v závislosti na proudu iontů ve svazku ($5 \cdot 10^5 - 4 \cdot 10^6 \mu\text{m}^{-2} \text{s}^{-1}$) jsou téměř zanedbatelné.

Wolframové struktury

Pro depozice wolframu metodou FIB–CVD se jako výchozího prekursoru nejčastěji používá hexakarbonylu wolframu ($\text{W}(\text{CO})_6$) s teplotou tání 150°C [60].

H. Langfisher [61] se zabýval přípravou tenkých vrstev. Byly provedeny studie depozicí s důrazem na morfologii připravených vrstev. Z těchto pokusů vyplývá, že nejprve dochází k tvorbě jemných zrn (při celkové „obdržené“ dávce do $0,07 \text{ nC } \mu\text{m}^{-2}$ dochází), které se postupně slévají do větších útvarů. Celková dávka $0,27 \text{ nC } \mu\text{m}^{-2}$ vede již k souvislé vrstvě materiálu. Složení těchto vrstev bylo 20 % Ga, 20 % C a 60 % W respektive 20 % Ga, 40 % C, 40 % W. Taktéž byly provedeny měření vodivosti v závislosti na tloušťce vrstev. Vodivost s rostoucí tloušťkou ($150 - 210 \text{ nm}$) klesá z hodnoty 550 na $250 \mu\text{C cm}$.

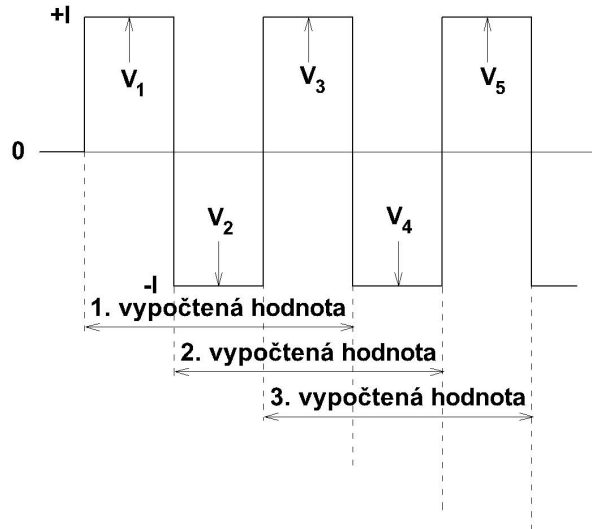
Nanodráty připravené metodou FIB–CVD byly charakterizovány na základě čtyř-bodového měření [62], [63]. Parametry svazku byly následující: urychlovací napětí 30 kV , proud 1 pA respektive 98 pA , dwell time $100 \mu\text{s}$. Měrný odpor připravených nanodrátů se pohybuje kolem hodnoty $200 \mu\Omega \text{ cm}$. Až při velmi nízkých teplotách ($5,5 \text{ K}$) prudce klesá k nule, což vede k supravodivým vlastnostem materiálu. Teplota přechodu se řádově liší od přechodové teploty čistého wolframu (10 mK). Obvyklé složení daných nanodrátů bylo následující 51 % W, 37 % C a 12 % Ga.

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Použité měřicí přístroje a způsob měření

Pro charakterizaci vodivostních vlastností připravených nanostruktur byl použit proudový zdroj firmy Keithley model 6221 a nanovoltmetr Keithley 2182A. Jejich vzájemné propojení zaručuje měření s přesnou odezvou.

Pro eliminaci chyb, které mohou vznikat během měření v důsledku teplotních a dalších efektů, byl zvolen měřicí mód DELTA. Ten spočívá v měření hodnot napětí na struktuře, přičemž dochází k opakované změně polaritu proudu ($+I \rightarrow -I$), který strukturou protéká. Vnitřní algoritmus přístroje poté udává „zprůměrovanou“ výslednou hodnotu napětí. Hodnota napětí je vypočítávána z třech po sobě jdoucích naměřených hodnot. Schéma měření poté vypadá následovně:



Obrázek 3.1: Měřicí mód DELTA.

Z naměřených hodnot napětí řídicí elektronika přístroje vypočítá reálnou hodnotu $V_{prum,i}$ dle následujícího klíče:

$$V_{prum,1} = \frac{V_1 - 2V_2 + V_3}{4}, \quad (3.1)$$

$$V_{prum,2} = \frac{V_2 - 2V_3 + V_4}{4}, \quad (3.2)$$

$$V_{prum,3} = \frac{V_3 - 2V_4 + V_5}{4}. \quad (3.3)$$

Následně dochází i k úpravě znaménka vypočítaného napětí, aby získaná data byla konzistentní. Takto „zprůměrované“ hodnoty eliminují nejen chyby plynoucí

z konstantních rozdílů mezi měřenými potenciály, ale i teplotní výkyvy (např. Seebeckův efekt), které hodnoty potenciálu monotónně zvětšují.

Měření v DELTA modu umožňuje nastavení následujících parametrů: maximální a minimální proud ($+I$ a $-I$; high-I, low-I) a delay time. Delay time je čas, který přístroj používá jako interval pro stabilizaci napětí, čili ke čtení hodnoty dochází až po uplynutí této doby.

Po ukončení měření je přístroj schopen nejen poskytnout veškeré hodnoty $V_{prum,i}$, ale i vytvořit statistická data jako je průměrná hodnota V_{prum} a směrodatná odchylka měření.

3.1.1 Automatizace měření

Pro usnadnění měření byl ve spolupráci s M. Paverou vytvořen měřicí program v prostředí LabView. Program především umožňuje zadání minimální a maximální hodnoty proudu, při kterých budou měřena napětí na strukturách. Počet měřených hodnot, ze kterých bude prováděna statistika, stejně tak i celkový počet bodů v měřené I-V závislosti je taktéž zadáván uživatelem. Po nastavení daných hodnot probíhá samotné měření. V námi prováděných experimentech byl statistický soubor tvořen deseti hodnotami napětí $V_{prum,i}$, ze kterých byla stanovena hodnota V_{prum} a její směrodatná odchylka.

3.2 Kontakty na křemíku

Pro úspěšné měření vodivosti nanostruktur je vhodné mít nejprve předpřipravené kontakty, pomocí kterých bude do struktury pouštěn elektrický proud a sbíráno napětí. V průběhu této práce jsme vyzkoušeli více možností přípravy, které popíšeme níže.

Jako substrát pro depozici nanostruktur byl zvolen nevodivý křemík s orientací (1 0 0). Měrný odpor tohoto substrátu se dle výrobce pohybuje v rozmezí 6 – 9 Ω cm. Povrch křemíku byl pokryt nativní vrstvou oxidu křemičitého (cca 3 nm).

Čištění křemíkových substrátů bylo prováděno v ultrazvukové lázni v isopropylalkoholu. Následně byl povrch opláchnut demineralizovanou vodou a osušen proudem dusíku z tlakové láhve.

3.2.1 Kontakty na křemíku – depozice kovu z roztoku

Pro depozici elektrod z roztoku byla používána směs síranu měďnatého s kyselinou fluorovodíkovou ve vodě. Tato směs umožňuje nanášení vrstev mědi na křemíkové

substráty. Principem depozice je patrně selektivní vylučování atomů mědi z kyselého roztoku na povrchu křemíku. Kyselina fluorovodíková v depoziční směsi způsobuje odstranění nativní vrstvy oxidu křemičitého.

V prvním kroku byly očištěné substráty ponořeny do depozičního roztoku a bylo pozorováno postupné nanášení vrstvy mědi na povrch křemíku. V pozdějších pokusech, které měly poskytnout lepší výsledky, bylo použito zředěných depozičních roztoků pro zpomalení procesu depozice.

Naše pokusy bohužel nevedly k úspěšným výsledkům, neboť deponovaná vrstva byla, patrně díky značnému vnitřnímu pnutí, nesoudržná a ihned po depozici se z povrchu sloupala. Takto připravovaná vrstva poměrně rychle rostla. Ovšem krátce po objevení známého měděného lesku byla celá vrstva narušena prasklinami, které se rozšířily napříč celým povrchem křemíku. Při dalším růstu došlo k úplnému sloupnutí celé vrstvy.

Pokusy s nanesením tenkých vrstev, které by byly dostatečně stabilní, byly úspěšné. Problémem se však ukázala vodivost takto připravených vrstev. Měřením odporu pomocí čtyřsondy nebyla získána stabilní hodnota, z čehož usuzujeme, že nanesená vrstva mědi není vodivá. Tvorba tenkých vrstev probíhala ve stejném duchu jako v předcházejícím případě. Bylo však použito velmi zředěných roztoků, aby byla kinetika depozičního procesu snadněji ovladatelná. Při pomalé depozici vznikl na povrchu substrátu zelený povlak, který při delším růstu začal vykazovat měděný lesk. Zelený povlak však, jak již bylo řečeno. Vrstvy s měděným leskem se i přes usilovnou snahu při přípravě sloupaly ihned po vložení daného vzorku do ultrazvukové lázně. „Nešetrné“ prostředí lázně bylo zvoleno pro ověření stability vrstvy, jelikož tato musí být stabilní nejen při čištění, ale i při dalším namáhání během depozicí nanostruktur, kontaktování atd.

Shrneme-li dosažené výsledky na poli depozice měděných vrstev z roztoku, pak je závěr následující. Podařilo se připravit vrstvy mědi na křemíkovém substrátu. Ty se však pro svou nestabilitu či nevodivost projeví jako krajně nevhodné pro zamýšlené aplikace. Z tohoto důvodu bylo od dalších pokusů na tomto poli upuštěno.

3.2.2 Kontakty na křemíku – elektrodopozice

Dalšími pokusy, kterými mělo být docíleno depozice vodivé kovové vrstvy na povrch substrátu, byly elektrolytické reakce. Materiálem, zvoleným pro elektrodopozice, bylo zlato. Katodou byl samotný křemíkový substrát, na který byl přiveden proud pomocí pozlaceného předpruženého plechu. Anoda byla tvořena zlatým plíškem. Elektrolytický roztok, používaný při daných pokusech, byl tvořen směsí dikyanozlatnatanu draselného – $\text{KAu}(\text{CN})_2$ (6 g l^{-1}) a kyseliny borité H_3BO_3 ($2,32 \text{ g l}^{-1}$).

Tato „zlatí“ směs se osvědčila již při pokovování plechů, které byly takto upravovány pro zlepšení vodivostních vlastností.

Elektrodepozice zlata na povrch křemíku se však ukázala jako marný pokus o jednoduchou přípravu zlatých vrstev. Zmíněný neúspěch je s největší pravděpodobností dán nízkou vodivostí křemíkového substrátu. Elektrodepoziční reakce, někdy též označované jako galvanické pokovování, probíhají následovně. Katoda, na kterou je díky vnějšímu zdroji elektromotorického napětí vložen záporný náboj, přitahuje kladně nabitě ionty. Ty jsou po dosednutí na povrch katody redukovány přebytečnými elektrony do podoby neutrálních atomů. Tímto způsobem dochází k nárůstu kovových vrstev.

Malá vodivost křemíkového substrátu patrně zabránila efektivnímu přenášení elektrického náboje po povrchu katody, čímž bylo zcela zabráněno depozici.

3.2.3 Kontakty na křemíku - naprašování

Od počátku se jako vhodná metoda nanášení kovových vrstev jevílo naprašování pomocí depoziční aparatury, která je součástí laboratoře pro výzkum tenkých vrstev. Předchozí pokusy o depozici vodivých vrstev, kterých mělo být využito jako elektrických kontaktů pro naše měření, byly prováděny za účelem urychlení celé procedury přípravy vzorků. Metoda naprašování je totiž časově náročnější a taktéž zabírá depoziční čas, který by se mohl uplatnit pro další experimenty. Bohužel však jsme však nebyli schopni připravit vodivé vrstvy jiným způsobem.

Pro tvorbu vodivých vrstev na povrchu křemíku bylo vybráno zlato, které je velmi dobrým vodičem. Nanášení stabilních vrstev zlata přímo na křemík je však velmi obtížné. Tato skutečnost je dána neochotou zlata a křemíku tvořit vzájemné vazby. Tímto způsobem připravené vrstvy proto obvykle nebývají stabilní. Zmíněná obtíž se dá však velmi jednoduše obejít napařením chromové nebo titanové mezi-vrstvy. Chrom i titan jsou schopny tvořit pevné, stabilní vrstvy na povrchu křemíku. Zlatá vrstva je poté nanášena na podkladovou, což vede ke snížení pnutí ve vrstvě a ta nejeví tendenci k sloupávání. Tloušťky napařených zlatých vrstev pro kontakty byly 100 nm.

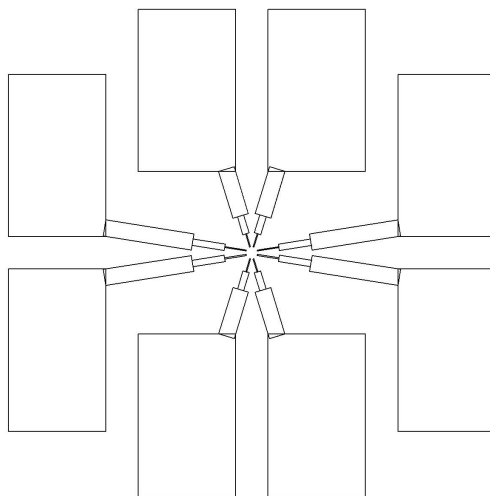
3.2.4 Kontakty na křemíku - elektronová litografie

Pro vytvoření samotných kontaktů na křemíkovém substrátu byla zvolena elektronová litografie. Používaným rezistem byl roztok PMMA v anisolu. Vrstvy rezistu byly připravovány následovně. Křemíkové substráty byly nařezány na požadovanou velikost. Po vyčištění povrchu byly umístěny na 30 minut na vyhřívanou plotýnku (180 °C). Tento ohřev byl prováděn pro desorpci vody z povrchu křemíku, aby

došlo k lepšímu pokrytí rezistem a zároveň aby byla zvýšena přilnavost rezistu k substrátu. Po uplynutí této doby byl křemíkový vzorek umístěn na odstředivku a vakuově přisát. Do středu vzorku bylo kápnuto adekvátní množství roztoku PMMA ($30 - 60 \mu\text{l}$ v závislosti na velikosti substrátu). Rotací byla vytvořena rovnoměrná vrstva rezistu. Použité parametry spin coatingu byly 4000 ot min^{-1} po dobu 30 s. Maximálních otáček bylo dosaženo po 15 s. Po ukončení rotace byl rezist zesíťován vypékáním na plotýnce po dobu 90 s při teplotě 180°C . Výsledná tloušťka takto připravené vrstvy rezistu byla 200 nm.

Elektronová litografie byla prováděna na rastrovacím elektronovém mikroskopu Tescan Vega. Použité parametry při expozici rezistu byly – urychlovací napětí 30 kV, dávka $400 \mu\text{C cm}^{-2}$, overlap 0,5, dwell time $1000 \mu\text{s}$. Dávka $400 \mu\text{C cm}^{-2}$ se může na první pohled zdát jako příliš vysoká. Tato dávka skutečně vede k přeexponování rezistu v místech, kde je svazek dobře zaostřen na povrch vzorku. Velká dávka zároveň zajišťuje, aby nedošlo k podexponování v těch částech vzorku, ve kterých není dobře zaostřeno na povrch.

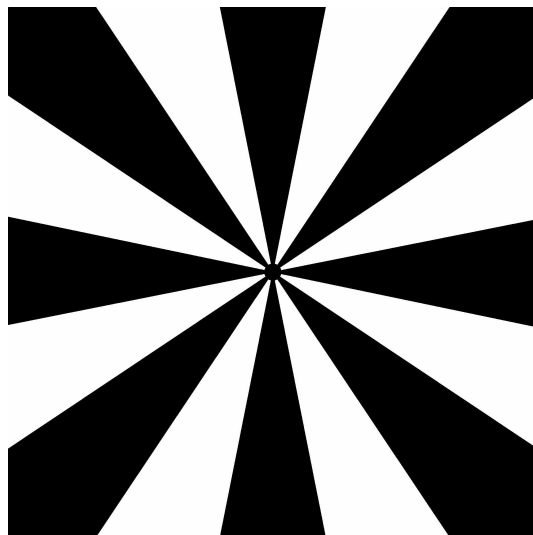
Nejprve byla vytvořena maska přímo v programovém rozhraní elektronového mikroskopu. Tato byla tvořena několika obdélníky (viz Obrázek 3.2).



Obrázek 3.2: Uspořádání obdélníků při vytváření kontaktů.

Tvorba kontaktů pomocí této masky však vyžadovala použití dvou různých velikostí stop během expozice ($\sim 530 \text{ nm}$ a 210 nm). Každá změna velikosti stopy ovšem může způsobit mírný posun svazku vůči vzorku. Proto byly provedeny optimalizační experimenty, které vedly ke vzniku elektronické masky pro tvorbu kontaktů ve formátu rastrového obrázku. Jednalo se o soubor typu bmp, který je uveden na následujícím obrázku (3.3). Při přípravě jsme zvolili téměř maximální velikost pole, kterou byl schopen elektronový mikroskop exponovat bez posunu držáku

vzorku. Tato velikost byla $5000 \times 5000 \mu\text{m}^2$. Stopa svazku při expozici byla maximální ($\sim 1300 \text{ nm}$). Této velikosti bylo zvoleno pro uspořádání času, potřebného na expozici celé struktury.



Obrázek 3.3: Maska pro tvorbu zlatých kontaktů na křemíku (bílé pole jsou exponována elektronovým svazkem a tvoří základ připravovaných kontaktů).

Po expozici byla struktura vyvolána pomocí 4-methyl-penta-2-onu (MIBK). Pro dosažení většího rozlišení byl MIBK zředěn isopropylalkoholem v poměru 1:3. Vyvolávání bylo prováděno při laboratorní teplotě po dobu 90 s. Následně byl vzorek ponořen na 30 s do čistého isopropylalkoholu, aby došlo k přerušení vyvíjecí fáze. Pro důkladné očištění byl vzorek omýván demineralizovanou vodou po dobu 60 s a následně vysušen proudem dusíku. Na takto připravenou strukturu byla nanesena vrstva Ti/Au. Po depozici byl proveden tzv. lift-off. Jedná se o odstranění nepotřebné části naprášeného materiálu rozpuštěním neexponovaného rezistu.

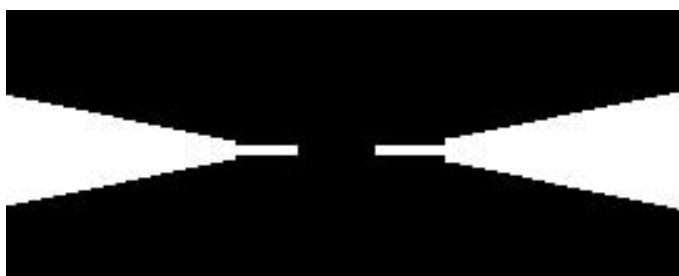
Estetická hodnota těchto kontaktů však není velká. Je to způsobeno omezenou velikostí vstupního bmp souboru, který je limitován množstvím obrazových bodů – 2024×2024 . Tento relativně malý počet způsobuje, že hrany kontaktů nejsou hladké, ale jsou tvořeny množstvím pravoúhlých skoků (viz Obrázek 3.4).

Pro zvýšení estetického zážitku alespoň v blízkém okolí kontaktovaných nanostruktur byla vytvořena nová jednoduchá maska (viz Obrázek 3.5) tvořená pouze dvěma protilehlými kontakty. Expozice celé struktury byla poté prováděna ve 4 krocích, přičemž maska byla natočena vždy o patřičný úhel ($22,5^\circ$, $67,5^\circ$, $112,5^\circ$, $157,5^\circ$).

Celý postup přípravy zlatých kontaktů na křemíkovém substrátu byl završen nakontaktováním připravené struktury do pouzdra (open cavity ceramic package)



Obrázek 3.4: Struktura kontaktů před naprášením zlaté vrstvy.

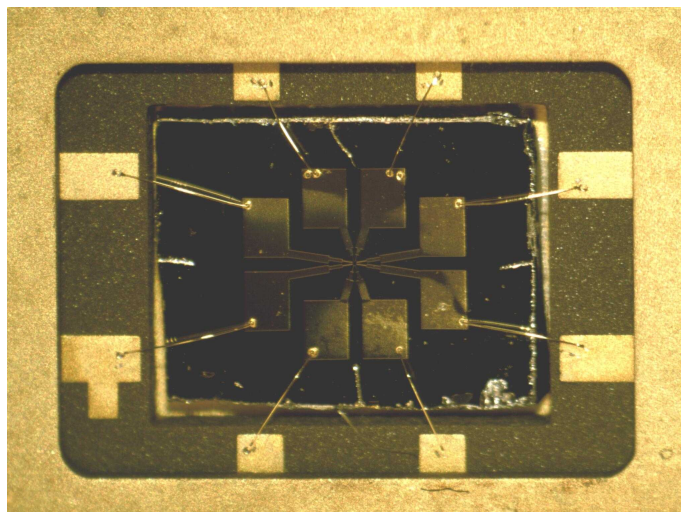


Obrázek 3.5: Elektronická maska pro tvorbu protilehlých kontaktů.

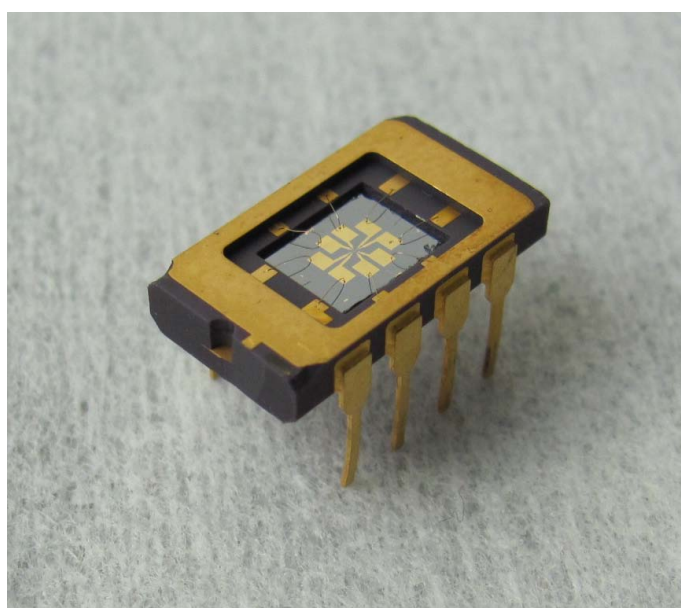
pomocí mikrokontaktovačky. Tento způsob zaručuje dobře vodivé spojení mezi vzorkem a paticí, potažmo mezi vzorkem a měřícím obvodem. Nakontaktovaný chip pro měření a pouzdro s chipem jsou zobrazeny na následujících obrázcích (3.6 a 3.7).

3.3 Držák vzorku

Pro snadnou manipulaci se vzorkem byly zkonstruovány dva různé držáky. První využíval pro uchycení vzorku mechanických předpružených kontaktů. Ty byly zároveň používány i jako elektrické kontakty pro připojení struktury na vzorku. Druhým typem držáku, který se lépe osvědčil, byl tištěný spoj se zapájenou paticí pro Dual In Line pouzdro, ve kterém byl nakontaktován měřící chip.



Obrázek 3.6: Nakontaktovaný křemíkový chip pro měření elektrontransportních vlastností.

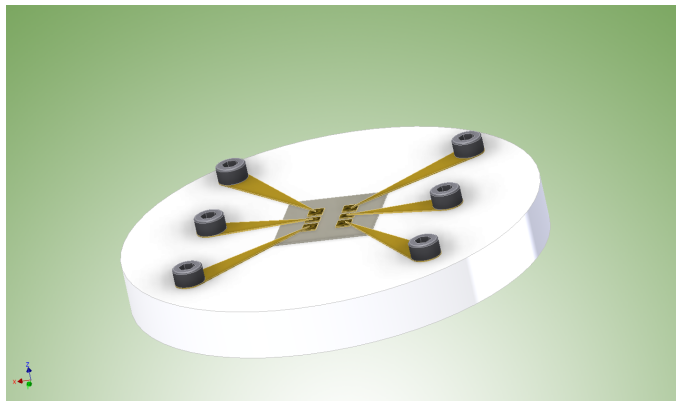


Obrázek 3.7: Pouzdro s nakontaktovaným chipem pro měření elektrontransportních vlastností nanostruktur.

3.3.1 Držák - Mechanické kontakty

Mechanické kontakty byly vyhotoveny z fosforbronzového plechu a následně galvanicky pozlaceny. Základna pro upevnění kontaktů byla vyrobena z teflonu. Držák s mechanickými kontakty je zobrazen na obrázku 3.8.

Již od počátku se tento způsob kontaktování začal ukazovat jako ne zcela vhodný. Problematickým se stalo nejen uchycení vzorku, ale i měření elektrických veličin. Při



Obrázek 3.8: Držák vzorku s mechanickými kontakty.

snaze o uchycení vzorku často docházelo k poškození zlatých kontaktů na křemíkovém substrátu. Při stanovování vodivostních vlastností nanostruktur často nebylo dosaženo zisku uspokojivé hodnoty. Měřené hodnoty odporu se často pohybovaly v rozmezí několika řádů, což je důsledek špatného kontaktu. Vyrobený držák s mechanickými kontakty se také projevilo jako málo variabilní. Při malé změně geometrie zlatých kontaktů na křemíku nemohlo být dosaženo dotyku mechanických „paží“ a zlatých ploch. Změna geometrie mohla být způsobena například pouze poškozením vzorku - prasknutím při manipulaci. Z výše zmíněných důvodů bylo od tohoto způsobu kontaktování upuštěno.

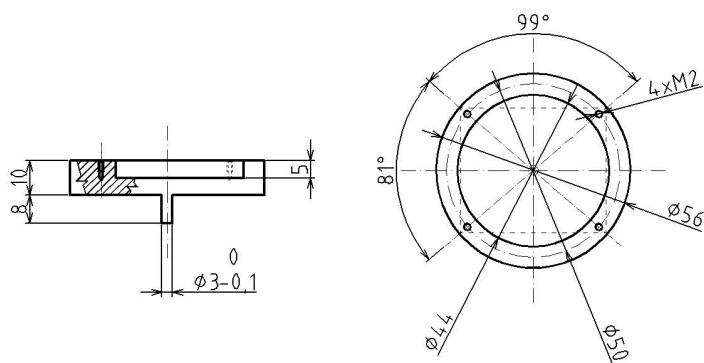
3.3.2 Držák do mikroskopu

Pro plánované experimenty in situ monitoringu elektrotransportních vlastností bylo nutné vyvinout držák vzorku, který by bylo možné umístit přímo do komory mikroskopu. Daný držák musel nejen zajistit pevné uchycení vzorku v mikroskopu, muselo být docíleno i izolace jednotlivých částí navzájem. Proto byl navržen držák ze dvou částí. Základnou se stala duralová platforma ve formě velkého „stubu“ (viz Obrázek 3.9). Na tu byl připevněn plošný spoj, který zaručoval precizní elektrické kontakty mezi nanostrukturou, zdrojem proudu a voltmetrem.

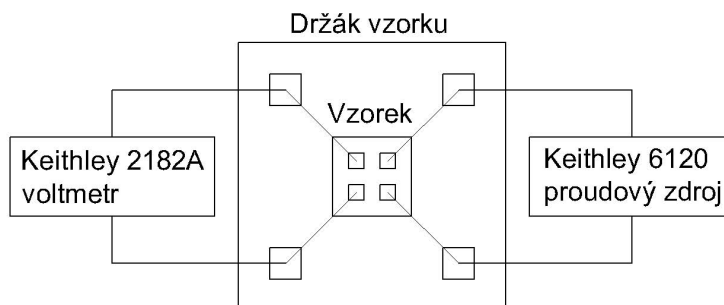
Výsledné zapojení měřících přístrojů a držáku se vzorkem poté vypadá následovně (viz Obrázek 3.10).

3.3.3 Tištěný spoj pro kontaktování

Model tištěného spoje byl vytvořen ve freewarovém prostředí Formica (viz Obrázek 3.11). Pro větší variabilitu daného výrobku bylo vytvořeno místo pro DIL patice o 8 a 24 pinech. Plošný spoj byl vyráběn z fotosenzitivního polotovaru. Jako vhodný polotovar se ukázala deska s oboustranným pokrytím. Tloušťka mědi na polotovaru



Obrázek 3.9: Držák vzorku – platmorfma



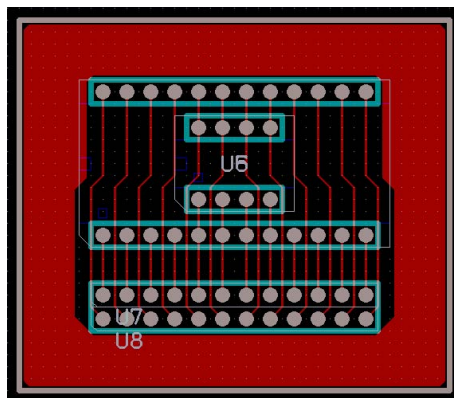
Obrázek 3.10: Držák vzorku – platmorfma

je $35\ \mu\text{m}$. Jedna strana slouží pro zajištění vodivého spojení mezi patičí a dutinkovou lištou, ze které je signál veden do přístrojů. Druhá strana desky byla ponechána téměř kompletní. Vrstva mědi na „vrchní“ straně plošného spoje slouží pro odvod náboje při zobrazování v elektronovém mikroskopu. Držák se díky tomu nabíjí jen velmi málo a tím pádem nedochází k závažnému rušení při zhotovování snímků.

3.4 Nanostruktury připravené metodou FIB-CVD

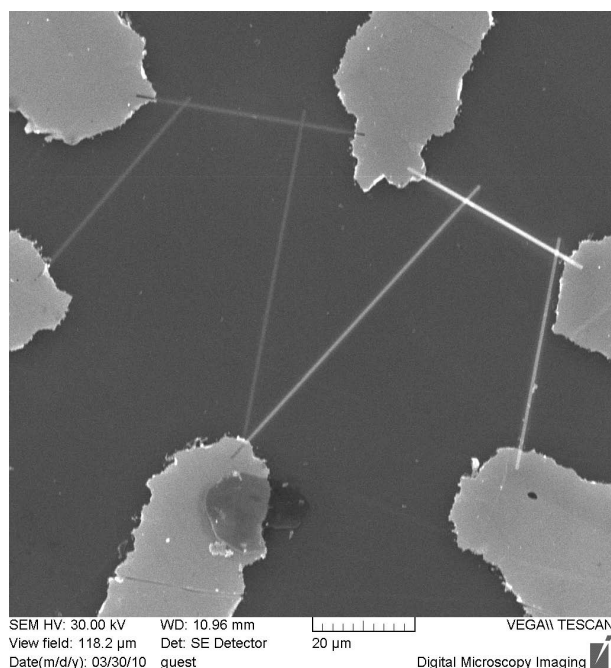
Nanodráty, které byly nadeponovány mezi předpřipravené zlaté kontakty, byly vytvořeny z platinového prekursoru. Nastavení iontového svazku pro depozici bylo následující: urychlovací napětí 30 kV, proud ve svazku 37 pA, velikost stopy 50 nm, dwell time $0,2\ \mu\text{s}$, spacing 1. Byly vyrobeny dráty o různých průřezích, u které byly následně měřeny vodivostní charakteristiky.

První měření vodivosti bylo prováděno pomocí držáku s mechanickými kontakty. Výsledky získané touto metodou nebyly uspokojivé, jak již bylo zmíněno. Jako modelový systém můžeme vzít dva dráty, připravené na stejném substrátu (viz Obrázek



Obrázek 3.11: Model tištěného spoje pro měření vodivosti

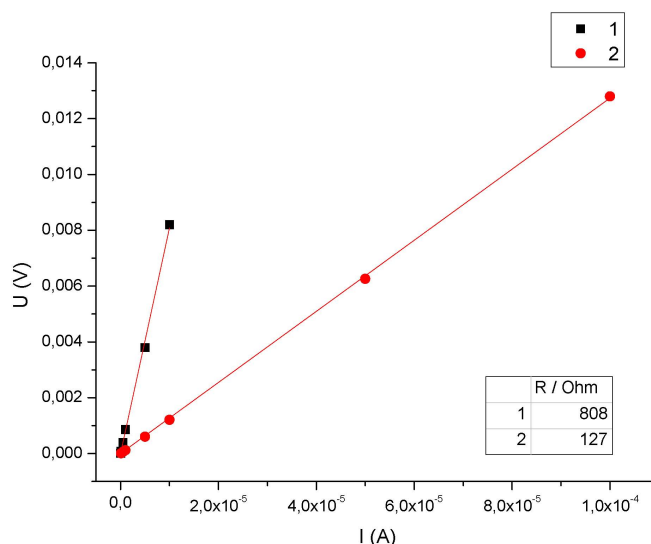
3.12). Měřený úsek silnějšího drátu měl délku $20\ \mu\text{m}$, šířku $1\ \mu\text{m}$ a tloušťku $0,3\ \mu\text{m}$. Přesné rozměry slabšího drátu se nám bohužel nepodařilo zjistit, vlivem problémů s AFM mikroskopem a následnou destrukcí celého vzorku. Jediný dobře stanovitelný rozměr je délka měřeného úseku drátu, která byla $22\ \mu\text{m}$. Šířka slabšího drátu by měla být shodná s šířkou drátu silnějšího, tj. $1\ \mu\text{m}$. Slabší drát je pomocí elektronového mikroskopu slaběji viditelný, což je dáno slabší emisí SE.



Obrázek 3.12: Platinové nanodráty nadeponované metodou FIB–CVD.

Stanovení odporu daných částí drátů bylo prováděno čtyřbodovou metodou pomocí DELTA módu měřících přístrojů Keithley. Pro tato měření nebylo použito měřícího programu, ten byl vyvinut později. Ze získaných dat vyplývá, že měření

bylo poznamenáno značnou chybou. Data byla zaznamenávána od nejnižšího možného proudu, který dával dostatečně stabilní hodnotu napětí na struktuře, která byla zaznamenatelná. Přesněji řečeno do hry vstupovaly i další odpory, které zcela pozměnily očekávané výsledky. Naměřené I-V křivky jsou uvedeny na následujícím obrázku.

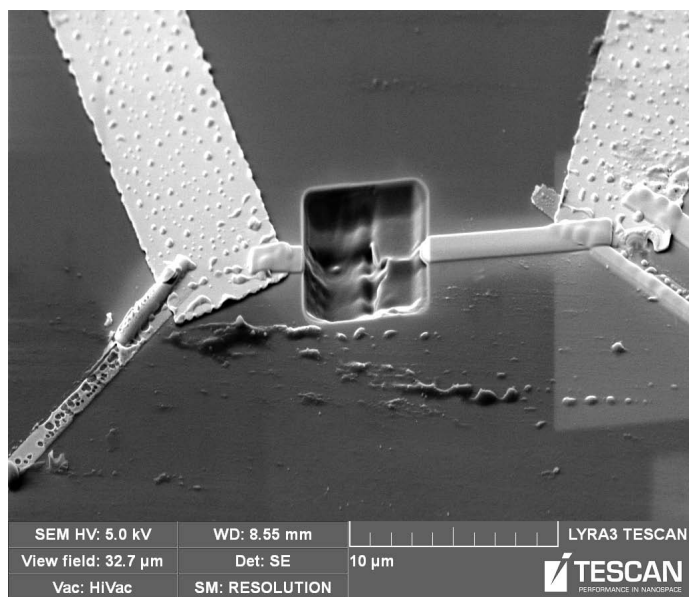


Obrázek 3.13: I-V charakteristika platinových drátů. Silnější drát je označen jako 1, slabší jako 2.

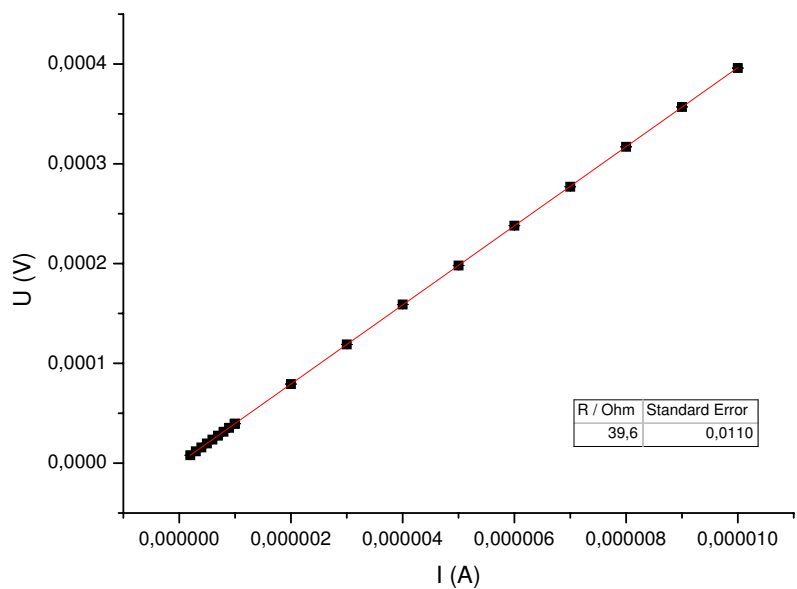
Z obrázku je na první pohled patrné, že odpor slabšího drátu je cca 6-krát menší než odpor drátu silnějšího. Tato skutečnost je dosti paradoxní, předpokládáme-li, že vodivosti těchto nanodrátů, by měly být stejné nebo velmi podobné. Tyto neúspěchy nás přesvědčily o nutnosti vyvinout nový systém pro měření elektrontransportních vlastností.

Pro pozdější experimenty na daném poli bylo používáno tištěného spoje a pouzdra s nakontaktovaným chipem. Tato metoda se ukázala jako velice dobrá, protože přesnost naměřených výsledků byla značná - standardní odchylka, vypočtená z dat naměřených přístroji, byla o 3 – 4 řády nižší než měřená hodnota. Byl vyroben drát o délce $13\ \mu\text{m}$, šířce $1\ \mu\text{m}$ a tloušťce $0,5\ \mu\text{m}$ (viz Obrázek 3.14).

Z naměřené I-V křivky (viz Obrázek 3.15) vyplývá, že odpor nanodrátu je bezmála $40\ \Omega$. Srovnáme-li tuto hodnotu s předchozími, je jasné, že výsledky získané pomocí mechanických kontaktů nejsou použitelné. Měrný elektrický odpor daného drátu byla výpočtem stanovena na $1,5 \cdot 10^{-6}\ \Omega\text{m}$. Tato hodnota je dosti blízká hodnotě měrného odporu pro čistou platinu ($1,06 \cdot 10^{-7}\ \Omega\text{m}$ [64]).



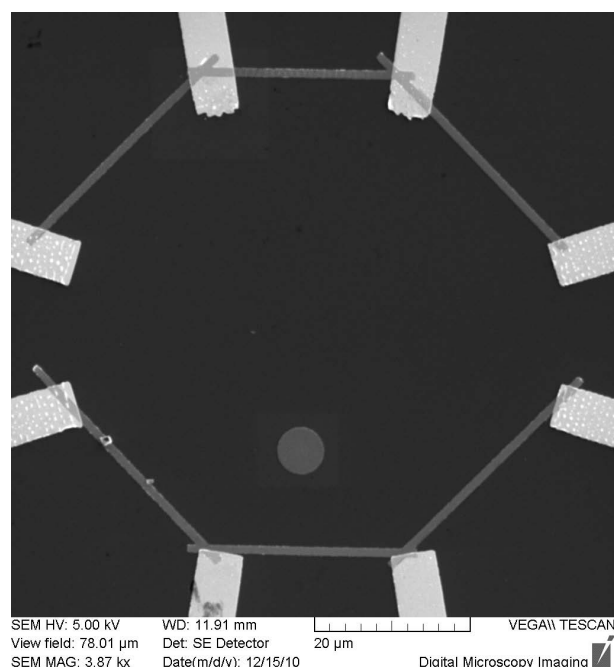
Obrázek 3.14: Platinový nanodrát po ukončeném experimentu. Pro další měření na daném chipu byl drát přerušen pomocí iontového svazku.



Obrázek 3.15: I-V charakteristika platinového drátu.

3.5 Nanostruktury připravené pomocí elektronové litografie

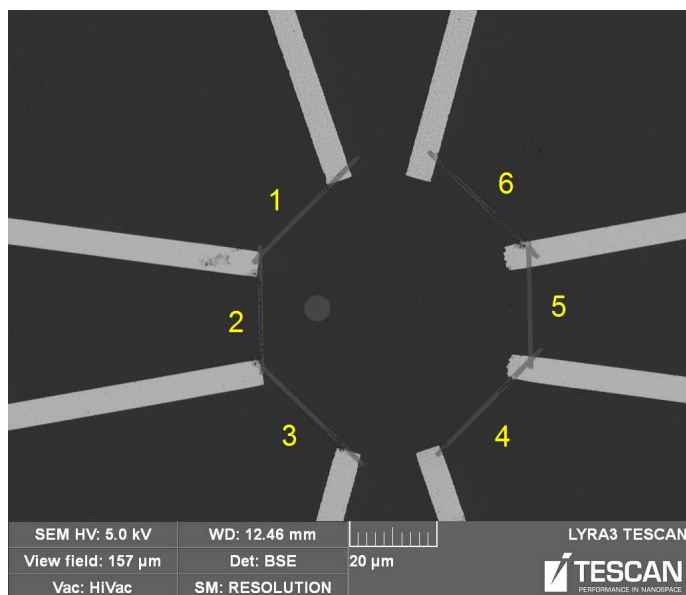
Vzorovým materiálem pro tvorbu nanostruktur naprášením na litografickou masku byla zvolena permalloy, což je směs niklu a železa. Příprava nanodráťů vychází z již hotových zlatých kontaktů (1. krok). V druhém litografickém kroku jsme nanесли PMMA na vzorek a poté jsme pomocí elektronového svazku připravili masku pro naprášení. Po naprášení materiálu jsme provedli lift-off v acetonu. Parametry nastavení mikroskopu při druhém kroku litografie byly následující: urychlovací napětí 30kV, velikost stopy 170 nm, překryv 0,5, dávka $350 \mu\text{C cm}^{-2}$. Délka měřené části permalloyových nanodráťů byla $20 \mu\text{m}$, šířka $0,5 \mu\text{m}$ a tloušťka 20 nm. Naprášené nanodráty jsou zobrazeny na následujícím obrázku.



Obrázek 3.16: Nanodráty z permalloye naprášené na křemíkovém substrátu.

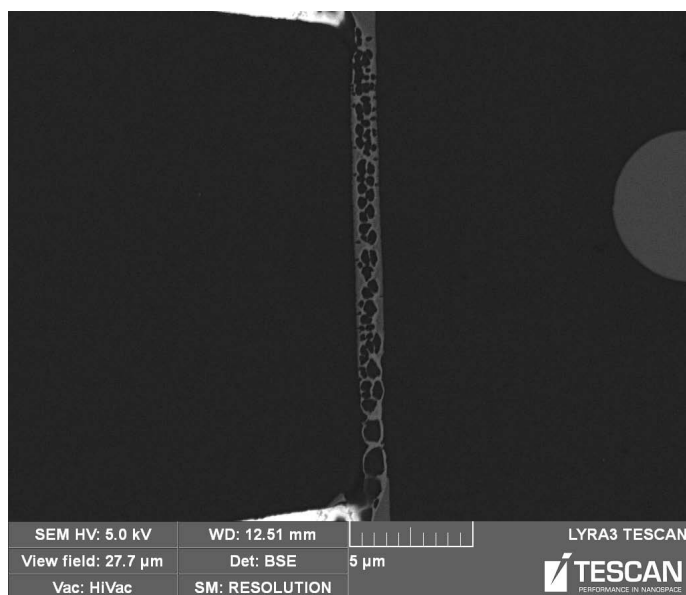
Po nalepení a nakontaktování chipu s dráty do pouzdra pro měření vodivosti byla provedena charakterizace pomocí I-V křivek. Tyto pokusy však pro objektivní problémy byly uskutečněny až po uplynutí delší doby od přípravy nanodráťů. Vlivem toho vzorek značně degradoval, což lze vidět na obrázku 3.17. Dané poškození bylo patrně způsobeno oxidací drátů.

Úsek č. 5 na obrázku nejeví prakticky žádné známky degradace, proto byl vybrán jako „reprezentativnější“ část. Bohužel se ukázalo, že dráty, které měly sloužit pro přivedení elektrického proudu (č. 4 a 6) jsou velmi poškozené a neumožňují dané měření. Paradoxně byl získán stabilní signál napětí při daném proudu z členu



Obrázek 3.17: Permalloyové dráty před vodivostními experimenty vykazující celkové poškození.

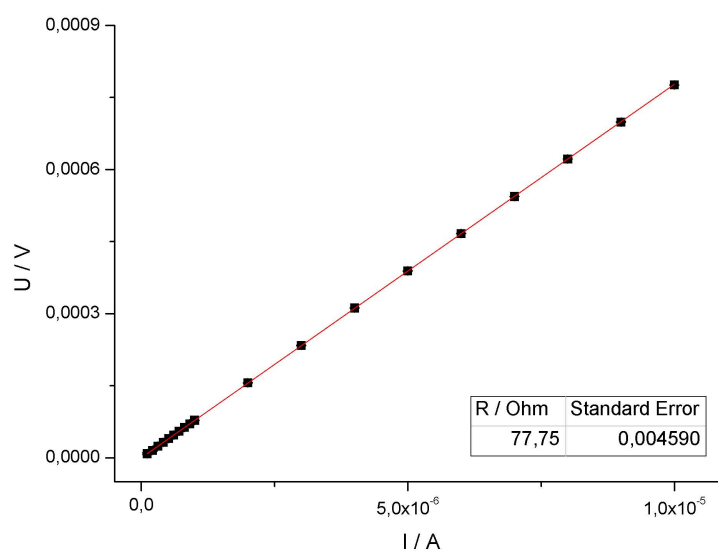
č. 2. I přes reálnou nemožnost stanovení měrného odporu materiálu byly provedeny měření I-V křivek. Skutečnost, že úsek č. 2 je „celistvý“ po celé délce prokazuje následující obrázek 3.18.



Obrázek 3.18: „Ementálová“ struktura poškozeného nanodrátu.

Naměřené hodnoty napětí při daném proudu v I-V charakteristice vykazovaly značnou stabilitu. Každý bod v grafu je průměrem z 10 hodnot získaných metodou DELTA. Značnou stabilitu měřených hodnot napětí prokazují standardní odchylky

měření každého bodu, které byly obvykle o 3 řády nižší. Na následujícím obrázku (3.19) je I-V charakteristika NiFe nanodrátu.



Obrázek 3.19: Volt-ampérová charakteristika permalloyového nanodrátu.

4 ZÁVĚR

Tato práce se zabývala přípravou nanostruktur a jejich elektrotransportní charakterizací. Hlavními postupy přípravy struktur byla elektronová litografie spojená s naprašováním pomocí širokosvazkového iontového zdroje. Elektronová litografie definovala nejen tvar a velikost zlatých makrokontaktů sloužících jako elektrokontaktní prekurzor, ale i geometrii připravovaných nanodrátů. Druhým způsobem přípravy nanostruktur byla depozice materiálu z plynné fáze pomocí fokusovaného iontového svazku. Tato jednokroková příprava je vhodná pro rychlou tvorbu jednoduchých mikro- a nanostruktur.

Elektrotransportní vlastnosti připravených nanodrátů byly měřeny in situ v komoře elektronového mikroskopu kombinovaného s iontovým svazkem. Pro výzkum elektrotransportních vlastností nanostruktur byly vyvinuty dva typy držáků. Prvním byl držák využívající zlacených předpružených plechů pro upevnění a vodivé spojení vzorku. Druhým typem byl držák skládající se z platformy, která slouží pro upevnění do elektronového mikroskopu, a plošného spoje se zapájenou patičí na vzorek. Vzorek pro měření v patiči byl vlepen do pouzdra, které bylo pomocí pinů vsazeno do patice. Pro usnadnění měření byl vyvinut měřicí program v prostředí LabView.

Výsledky sebrané na poli konstrukce držáků a měření elektrotransportních vlastností vedly ke zvolení hlavního proudu, kterým by se mohly zabývat práce, jež budou přímo či nepřímo vycházet z úspěchů dosažených v rámci vypracování této práce. Zmíněný proud eliminoval původní konstrukci držáku s mechanickými kontakty. Tato se ukázala jako velmi špatná pro měření nízkých odporů. Taktéž manipulace při zakládání vzorků vedla k destruci vzorků, což je podstatná závada, uvědomíme-li si, časové zatížení přípravy jednoho funkčního vzorku. V neposlední řadě je mechanická konstrukce málo variabilním systémem, pokud zamýšlíme používat více základních uspořádání měřících kontaktů, např. v důsledku odlišných experimentálních požadavků.

Díky vhodněji koncipované konstrukci držáku, která využívá normovaných pinových patic, byla úspěšně provedena testovací měření. Testy prokázaly nejen variabilitu držáku, ale i jeho funkčnost v komoře mikroskopu. Není nutné chodit s nápady pro uplatnění příliš daleko – na první pohled je zřejmé, že daného držáku se dá úspěšně používat pro in-situ monitorování úspěšnosti procesů přípravy nanostruktur.

Proměřili jsme volt-ampérovou charakteristiku drátů připravených metodou FIB-CVD. Tato měření byla zatížena velmi malou chybou a prokázala použitelnost měření pro optimalizaci přípravy daných drátů. Optimalizace může sloužit pro získání drátů s vodivostí blízkou čistým materiálům připraveným naprašovacími či napařovacími postupy.

Elektrotrasportní měření provedená na drátech vyrobených pomocí elektronové litografie a naprašování prokázala funkčnost zvolené metody. Toto vsutku není nijak překvapujícím zjištěním, ale pouhým potvrzením jednoduché myšlenky. Ovšem i tyto zdánlivě nepotřebná měření jsou nutná pro ověření prvotní myšlenky a mohou v konečném důsledku otevřít dveře mnohým zamýšleným experimentům složitějšího rázu.

5 LITERATURA

- [1] http://nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1986/ruska-autobio.html, 14.05.2011.
- [2] N. Yao, Z. L. Wang, *Handbook of Microscopy for Nanotechnology*, New York: Kluwer Academic Publishers (2005), ISBN 978-1-4020-8006-9.
- [3] <http://www.webelements.com/tungsten/physics.html>, 14.05.2011.
- [4] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, D. C. Joy, C. E. Lyman, E. Lifsjin, L. Sawyer, J. R. Michael, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers (2003), ISBN 0-306-47292-9.
- [5] W. Zhou, Z. L. Wang, *Scanning Electron Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*, New York: Springer Science (2006), ISBN 978-0-387-39620-0.
- [6] J. M. Lafferty, *J. Appl. Phys.* 22 (1951), 299-309.
- [7] C. Davidson, L. H. Germer, *Phys. Rev.* 19 (1922) 438-439.
- [8] R. H. Fowler, L. Nordheim, *Proc. Roy. Soc. London A* 119 (1928), 173-181.
- [9] H. P. Oepen, G. Steierl, J. Kirschner, *J. Vac. Sci. Tech. B* 20 (2002), 2535-2538.
- [10] http://fyzweb.cz/clanky/index.php?id=107&id_casti=50, 14.05.2011.
- [11] R. F. Egerton, *Physical Principles of Electron Microscopy: An introduction to TEM, SEM and AEM*, New York: Springer Science+Business Media (2005), ISBN 978-0387-25800-0.
- [12] T. E. Everhart, R. F. M. Thornley, *J. Sci. Instrum.* 37 (1960), 246-248.
- [13] V. E. Krohn, G. R. Ringo., *Appl. Phys. Lett.* 27 (1975), 479-481.
- [14] N. Yao, *Focused Ion Beam Systems: Basics and Applications*, Cambridge University press (2007), ISBN 978-0-521-83199-4.
- [15] C.A.Volkert, A.M. Minor, *MRS Bulletin* 32 (2007), 389-399.
- [16] <http://www.webelements.com/gallium/physics.html>, 10. 05. 2011.
- [17] L. A. Giannuzzi, F. A. Stevie, *Introduction to Focused Ion Beams: Instrumentation, Theory, Techniques and Practice*, New York: Springer Science+Business Media (2005), ISBN 978-0-387-23313-7.
- [18] http://www.flow3d.com/resources/news_08/res_news_summer08_09.html, 09. 05. 2011.
- [19] J. Orloff, L.W. Swanson, M. Utlaut, *J. Vac. Sci. Technol. B* 14 (1996), 3759.
- [20] J. Orloff, M. Utlaut, L. Swanson, *High Resolution Focused Ion Beams: FIB and its Applications*, New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers (2003), ISBN 978-0-306-47350-0.
- [21] J. Mayer, L. A. Giannuzzi, T. Kamino, J. Michael, *MRS Bulletin* 32 (2007), 400-407.

- [22] G. M. Shedd, H. Lezec, A. D. Dubner, J. Melngailis, *Appl. Phys. Lett.* 49 (1986), 1584-1586.
- [23] M. E. Gross, L. R. Harriott, R. L. Opila, *J. Appl. Phys.* 68 (1990), 4820-4824.
- [24] R. L. Kubena, F. P. Stratton, T. M. Mayer, *J. Vac. Sci. Tech. B* 6 (1988), 1865-1868.
- [25] Z. Xu, T. Kosugi, K. Gamo, S. Namba, *J. Vac. Sci. Tech. B* 7 (1989), 1959-1962.
- [26] I. Utke, P. Hoffman, J. Melngailis, *J. Vac. Sci. Tech. B* 26 (2008), 1197-1276.
- [27] H.F. Winters, J. W. Coburn, *Surf. Sci. Rep.* 14 (1992), 161-269.
- [28] T. J. Stark, G. M. Shedd, J. Vitarelli, D. P. Griffis, P. E. Russell, *J. Vac. Sci. Tech. B* 13 (1995), 2565-2569.
- [29] R. J. Young, *Vacuum* 44 (1993), 353-356.
- [30] A. Yamaguchi, T. Nishikawa, *J. Vac. Sci. Tech. B* 13 (1995), 962-966.
- [31] R. J. Young, J. R. A. Cleaver, H. Ahmed, *J. Vac. Sci. Tech. B* 11 (1993), 234-241.
- [32] T. H. P. Chang, *J. Vac. Sci. Tech.*, 12 (1975), 1271-1275.
- [33] Y. W. Yau, R. F. W. Pease, A. A. Iranmanesh, K. J. Polasko, *J. Vac. Sci. Tech.* 19 (1981), 1048-1052.
- [34] Z. Cui, *Nanofabrication: Principles, Capabilities and Limits*, New York: Springer Science (2008), ISBN 978-0-387-75577-9.
- [35] G. P. Wiederrecht, *Handbook of Nanofabrication*, Amsterdam: Elsevier B.V. (2010), ISBN 978-0-12-375176-8.
- [36] M. Hatzakis, *J. Electrochem. Soc.* 116 (1969), 1033-1037.
- [37] I. Zailer, J. E. F. Frost, V. Chabasseur-Molyneux, C. J. B. Ford, M. Pepper, *Semicond. Sci. Tech.* 11 (1996), 1235-1238.
- [38] K. Nakamura, S. L. Shy, C. C. Tuo, C. C. Huang, *Jpn. J. Appl. Phys.* 33 (1994), 6989-6992.
- [39] T. Tada, *J. Electrochem. Soc.* 130 (1983), 912-917.
- [40] I. Brodie, J. J. Muray, *The Physics of Micro/Nano-Fabrication*, New York: Plenum press (1992), ISBN 0-306-44146-2.
- [41] I. G. Brown, *The Physics and Technology of Ion Sources*, Weinheim: WILEY-VCH (2004), ISBN 3-527-40410-4.
- [42] H. R. Kaufman, J. J. Cuomo, J. M. E. Harper, *J. Vac. Sci. Tech.* 21 (1982), 725-736.
- [43] R. S. Robinson, *J. Vac. Sci. Tech.* 15 (1978), 277-280.
- [44] http://physics.fme.vutbr.cz/files/1425/kaufman_schema.pdf, 22.05. 2011.
- [45] M. A. White, *Properties of Materials*, New York: Oxford University press (1999), ISBN 0-19-511331-4.

- [46] J. J. Quinn, K.-S. Yi, *Solid State Physics: Principles and Modern Applications*, Berlin: Springer-Verlag (2009), ISBN 978-3-540-92231-5.
- [47] R. E. Hummel, *Electronic Properties of Materials*, New York: Springer-Verlag (2001), ISBN 978-0-387-95144-7.
- [48] A. P. Scheutze, W. Lewis, C. Brown, W. J. Geerts, *Am. J. Phys.* 72 (2004), 149-153.
- [49] L. B. Valdes, *Proc. I. R. E.* 42 (1954), 420-427.
- [50] A. Uhler, *Bell. Syst. Tech. J.* 34 (1955), 105-128.
- [51] M. A. C. S. Brown, E. Jakeman, *Brit. J. Appl. Phys.* 17 (1966), 1143-1148.
- [52] F. M. Smits, *Bell. Syst. Tech. J.* 37 (1958), 711-718.
- [53] L. J. van der Pauw, *Philips Res. Rep.* 13 (1958), 1-9.
- [54] T. Tao, J. S. Ro, J. Melngailis, Z. Xue, H. Kaesz, *J. Vac. Sci. Tech. B* 8 (1990), 1826-1829.
- [55] J. Wiedemair, N. Menegazzo, J. Pikarsky, K. S. Booksh, B. Mizaikoff, C. Kranz, *Electrochim. Acta* 55 (2010), 5725-5732.
- [56] R. M. Langford, T.-X. Wang, D. Ozkaya, *Microel. Eng.* 84 (2007), 784-788.
- [57] G. De Marzi, D. Iacopino, A. J. Quinn, G. Redmond, *J. Appl. Phys.* 96 (2004) 3458-3462.
- [58] Y. K. Park, T. Nagai, M. Takai, C. Lehrer, L. Frey, H. Ryssel, *Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. B* 148 (1999), 25-31.
- [59] K. A. Telari, B. R. Rogers, H. Fang, L. Shen, R. A. Weller, D. N. Braski, *J. Vac. Sci. Tech. B* 20 (2002), 590-595.
- [60] <http://www.chemblink.com/products/14040-11-0.htm>, 28.05. 2011.
- [61] H. Langfisher, B. Basnar, H. Hutter, E. Bertagnolli, *J. Vac. Sci. Tech. A* 20 (2002), 1408-1415.
- [62] I. J. Luxmoore, I. M. Ross, A. G. Cullis, P. W. Fry, J. Orr, P. D. Buckle, J. H. Jefferson, *Thin Solid Films* 515 (2007), 6791-6797.
- [63] E. S. Sadki, S. Ooi, K. Hirata, *Appl. Phys. Lett.* 85 (2004), 6206-6208.
- [64] <http://www.webelements.com/platinum/physics.html>, 30.05. 2011.

SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

Použité zkratky

FIB	<i>focused ion beam</i> , fokusovaný iontový svazek
CVD	<i>chemical vapor deposition</i> , depozice z plynné fáze
SE	<i>secondary electrons</i> , sekundární elektrony
BSE	<i>back scattered electron</i> , zpětné odražené elektrony
LMIS	<i>liquid-metal ion system</i> , zdroj iontů používající kapalných kovů
EBL	<i>electron beam lithography</i> , elektronová litografie
PMMA	<i>poly-(methyl-methacrylate)</i> , poly-(methyl-metakrylát)
IBS	<i>ion beam sputtering</i> , odprašování iontovým svazkem
IBAD	<i>ion beam assisted deposition</i> , depozice s iontovým bombardem
EBID	<i>electron beam induced deposition</i> , depozice způsobená elektronovým svazkem
IBID	<i>ion beam induced deposition</i> , depozice způsobená iontovým svazkem
MIBK	<i>4-methyl-penta-2-on</i> , 4-methyl-penta-2-on
DIL	<i>dual in line</i> , patice s dvouřadovým uspořádáním pinů