



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

2D A 3D ANALÝZA POLOVODIČOVÝCH STRUKTUR METODOU SIMS

2D AND 3D ANALYSIS OF SEMICONDUCTOR DEVICES BY SIMS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Karel Vařeka

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Petr Bábor, Ph.D.

BRNO 2019

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Karel Vařeka**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce: **Ing. Petr Bábora, Ph.D.**
Akademický rok: 2018/19

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

2D a 3D analýza polovodičových struktur metodou SIMS

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů (SIMS) je analytická metoda hojně používaná v elektrotechnickém průmyslu kvůli její vysoké citlivosti. Umožňuje měření hloubkových profilů dopantů v polovodičích nebo i 2D a 3D profilování různých struktur. Výzkumná infrastruktura CEITEC disponuje zařízením TOF–SIMS5 od firmy IONTOF, které tyto analýzy umožňuje.

Při analýze pórovitých vzorků či vzorků obsahujících struktury s různou rychlostí odprašování je vhodné provádět řezy vzorků a následně na takto připravených řezech provést analýzu. Řezy lze provést pomocí fokusovaného iontového svazku nebo mechanickým broušením. Bakalářská práce naváže na dříve provedené experimenty a bude se zabývat optimalizací postupů při 2D a 3D analýze vzorků s cílem optimalizovat je tak, aby bylo v budoucnu možné provést tomografickou analýzu SIMS.

Cíle bakalářské práce:

1. Proved'te rešerši 2D a 3D analýzy vzorků metodou SIMS s důrazem na možnou aplikaci těchto postupů při tomografických měřeních.
2. Optimalizujte a popište postupy 2D a 3D analýzy metodou SIMS.
3. Proved'te testovací měření aplikovatelné pro použití v elektrotechnickém průmyslu.

Seznam doporučené literatury:

BALIGA, B. J. Fundamentals of Power Semiconductor Devices, Springer, 2008.

HEIDE, P. Secondary ion mass spectrometry an introduction to principles and practices, John Wiley & Sons, Inc. 2014.

CUI, Z. Nanofabrication Principles Capabilities and Limits, Springer. 2008.

REIMER, L.: Scanning Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer, 1998.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19

V Brně, dne

L. S.

.....
prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

.....
doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

ABSTRAKT

Chemická analýza polovodičových struktur pomocí metody SIMS je hlavní náplní této bakalářské práce. Umožňuje hloubkové profilování a vytváření 2D či 3D snímků materiálů. Během zkoumání čipu z polovodiče TIGBT dochází k odprašování heterogenní struktury s různou rychlostí odprašování jednotlivých částí. Ukázalo se jako výhodné provést řez tímto vzorkem pomocí fokusovaného iontového svazku tak, aby vznikl profil umožňující provedení tomografického měření. Tato nově vzniklá plocha zaručuje chemickou analýzu profilu polovodičových struktur bez nutnosti odprašování v dynamickém SIMS módu. Rekonstrukcí jednotlivých dvourozměrných snímků lze sestavit 3D obrazec analyzované části vzorku. Byla provedena i příprava a vyjmutí lamely z čipu TIGBT za účelem analýzy detektorem prošlých elektronů.

ABSTRACT

The chemical analysis of semiconductor structures using the SIMS method is the main part of this bachelor thesis. It allows the user to make a depth profiling and a creation of 2D or 3D material images. During the analysis of the chip from the TIGBT semiconductor, there is a sputtering of a heterogeneous structure in the material with different sputtering rates. It is convenient to make a cut through the material using a focused ion beam to create a profile, which grants the user to perform a tomographic measurement. This new surface enables a chemical analysis of a depth profile of semiconductor structures without the need for sputtering beam in dynamic SIMS mode. By reconstructing individual two-dimensional images, it is possible to assemble a three-dimensional pattern of the analysed sample area. Also, the preparation and removal of the lamella from the TIGBT chip were accomplished and analysed via a detector of transmission electrons.

KLÍČOVÁ SLOVA

SIMS, SEM, FIB, TOF, tomografie, 2D a 3D chemická analýza, TIGBT, polovodičová struktura, odprašování, lamela,

KEYWORDS

SIMS, SEM, FIB, TOF, tomography, two-dimensional and three-dimensional chemical analysis, TIGBT, semiconductor structures, sputtering, lamella

VAŘEKA, Karel. *2D a 3D analýza polovodičových struktur metodou SIMS*. Bakalářská práce. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství, 2019. 50 s. Vedoucí práce Ing. Petr Bábor, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma *2D a 3D analýza polovodičových struktur metodou SIMS* vypracoval a sepsal samostatně pod vedením svého vedoucího bakalářské práce Ing. Petra Bábora, Ph.D. a že veškerou použitou odbornou literaturu a jiné podklady, ze kterých jsem čerpal, uvádím v seznamu literatury na konci této práce.

V Brně

.....
Karel Vařeka

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych tímto poděkoval svému vedoucímu Ing. Petru Báborovi, Ph.D. za vedení během vypracovávání bakalářské práce a za vytvoření příjemného kolegiálního prostředí. Dále děkuji Ing. Michalu Potočkovi, Ph.D. za jeho pomoc s měřením vzorků pro tuto práci. Další díky patří mým spolužákům, hlavně Marcelu Janákovi, který mi během měření poskytoval cenné rady a výpomoc. Samozřejmě děkuji své rodině, kamarádům a přítelkyni za jejich podporu a trpělivost.

Tato práce byla provedena za podpory výzkumné infrastruktury CEITEC Nano (ID LM2015041, MŠMT, 2016-2019), CEITEC Vysoké učení technické v Brně.

Karel Vařeka

OBSAH

1	ÚVOD.....	3
2	HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE	4
2.1	Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů	4
2.2	Historie SIMS.....	5
2.3	Princip metody SIMS	5
2.3.1	Proces odprašování	6
2.3.2	Rozdělení energií sekundárních iontů.....	8
2.3.3	Výtěžek sekundárních iontů.....	8
3	MIKROSKOP TOF-SIMS	10
3.1	Statický a Dynamický SIMS.....	10
3.2	Přístrojové vybavení.....	11
3.2.1	Vakuum.....	11
3.2.2	Zdroj primárních iontů.....	11
3.2.3	Time-of-Flight SIMS	13
3.2.4	Detektor sekundárních iontů.....	15
3.3	Výstupní data.....	15
3.3.1	Hmotnostní spektrum.....	16
3.3.2	Hloubkový profil.....	16
3.3.3	Prostorové snímky	16
4	RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP	17
4.1	Principy rastrovacího elektronového mikroskopu.....	18
4.2	Elektronový zdroj.....	18
4.2.1	Termoemisní zdroje	18
4.2.2	Autoemisní zdroje.....	19
4.3	Interakce elektronů s pevnou látkou.....	20
4.3.1	Sekundární elektrony	21
4.3.2	Zpětně-odražené elektrony.....	21
4.4	Fokusovaný iontový svazek	23
4.4.1	Interakce iontů se vzorkem	23
5	POLOVODIČOVÉ MATERIÁLY	25
5.1	Vývoj tranzistorových součástek	25
5.1.1	MOSFET.....	25
5.2	IGBT.....	26
5.3	TIGBT	28

6	2D A 3D ANALÝZA MATERIÁLŮ.....	29
6.1	Analýza lamel TIGBT	29
6.1.1	GIS	29
6.1.2	Průběh přípravy lamely.....	30
6.1.3	Měření lamely z TIGBT.....	35
6.2	Měření TIGBT pomocí SIMS	36
6.3	Tomografie metodou SIMS.....	38
6.3.1	2D měření průřezu TIGBT vzorkem.....	38
6.3.2	3D tomografické měření	41
7	ZÁVĚR.....	45
	LITERATURA	46
	SEZNAM ZKRATEK	49

1 ÚVOD

Celý vesmír kolem nás se skládá z hmoty a pole. Běžná definice hmoty je vše, co má vlastní hmotnost a objem. Podle této definice se tedy hmota skládá z atomů, podléhá skupenství, ve kterém se nachází (pevné, kapalné, plynné), nepřímo interagujeme se čtvrtým skupenství – plasma. Fyzikální vlastnosti hmoty jako takové jsou definovány znalostí typu atomů (tj. prvek), vazbou mezi atomy a krystalickou nebo molekulární strukturou.

K největšímu zlomu v této vědní disciplíně došlo na počátku 20. století, kdy Ernest Rutherford objevil existenci pevného jádra atomu, které, jak se později ukázalo, se skládá z protonů a neutronů, kolem kterých obíhají elektrony. Kvantová teorie tyto poznatky později vysvětlila. Atomy se stejným protonovým číslem, ale rozdílným neutronovým číslem, jsou nazývány isotopy. Na základě existence přírodních isotopů, na které jako první poukázal J. J. Thomson pomocí hmotností spektrometrie, bylo vyvinuto několik analytických metod umožňující charakterizaci materiálu a rozpoznání chemického složení. Mezi tyto metody patří také SIMS.

Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů¹ je metoda využívající se především k chemické analýze pevných, popř. zmrzlých kapalných materiálů pomocí částic vyražených z dané oblasti. Tyto částice analyzuje a je schopna určit hmotnostní spektrum daného materiálu a z něj rozeznat např. nečistoty. Pro přípravu k bakalářské práci jsem se věnoval analýze polovodičových struktur metodou SIMS. Jedna z metod získávání trojrozměrných snímků se nazývá tomografie. Spočívá v odprášení průřezu vzorkem pomocí fokusovaného iontového svazku a následné analýze této nově vytvořené plochy.

Úvodní dvě teoretické části popisují fungování hmotnostní spektrometrie spolu s principem přístroje TOF-SIMS5, který se nachází ve výzkumném centru CEITEC. Je zde také popsána interakce dopadajících částic s povrchem vzorku. Další kapitola slouží ke stručné charakteristice rastrovacího elektronového mikroskopu LYRA3, který jsem využíval spolu s fokusovaným iontovým svazkem na přípravu zákopů a analýzu lamel z polovodičové struktury TIGBT. Poslední kapitola je věnována samotnému měření a zpracování dat získaných z obou mikroskopů.

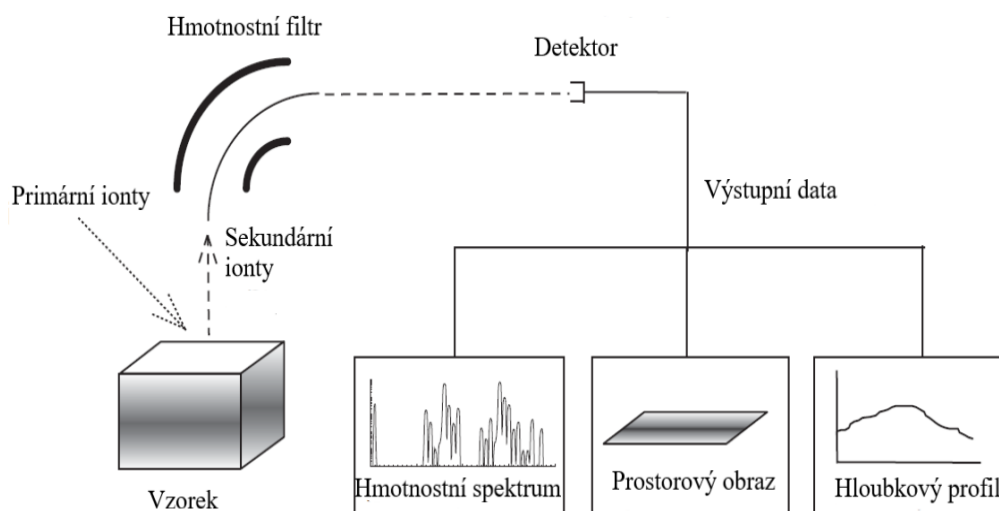
¹ angl. Secondary ion mass spectrometry, zn. SIMS

2 HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE

V první kapitole se zabývám základními poznatky a pojmy z oblasti analýzy materiálů pomocí iontů. Informace pro kapitolu jsou čerpány z [1], [2], [3], [4].

2.1 Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů

Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů je destruktivní technika určená především k chemické analýze materiálu. Iontová spektrometrie je založena na získávání informace pomocí iontů, které jsou vyraženy z povrchu analyzovaného materiálu, popř. z oblastí těsně pod povrchem. SIMS tohoto docílí pomocí fokusovaného iontového svazku bombardujícího povrch zkoumaného materiálu. Tyto dopadající ionty jsou označovány jako primární ionty. Jejich počáteční energie se pohybuje v rozmezí $\sim(0,1 - 50)$ keV a lze je fokusovat až na velikost 1 nm v průměru v případě heliového iontového svazku. Primární ionty mohou reagovat s částicemi tvořící povrch materiálu, ale především vyraží z povrchu atomy a klastry atomů (částice) vzorku. Určité procento těchto vyražených částic je ionizováno, extrahováno a urychleno směrem k hmotnostnímu analyzátoru. Tyto vyražené ionizované částice jsou nazývány *sekundární ionty*. Během tohoto procesu je povrch materiálu pomalu odprašován. Tomuto ději se anglicky říká *sputtering*¹.



Obr. 2.1: Jednoduché schéma SIMS metody spolu s druhy výstupních dat. Převzato a upraveno z [1].

V hmotnostním analyzátoru jsou prvky či molekuly rozděleny na základě poměru hmotnosti a náboje. Hmotnost atomu je dána především počtem protonů a neutronů v jádře, náboj je naopak určen počtem elektronů. Výsledná data, která nám SIMS poskytuje, jsou ve formě hmotnostního spektra všech ionizovaných částic odebraných z materiálu, prostorové rozdělení signálu jako takového a v neposlední řadě také hloubková distribuce signálu.

¹ z anglického slovesa *to sputter* – prskat, rozprašovat

Kombinace prostorové a hloubkové distribuce signálu umožňuje generování 3D prostorových snímků.

Výhody metody SIMS:

- Detekce všech prvků z periodické tabulky, včetně molekul, které tyto prvky vytvářejí.
- Schopnost detekovat malé koncentrace a koncentrační rozdíly.
- Vysoká citlivost (detekce jedné částice z milionů).
- Minimální úprava vzorku.
- Laterální a hloubkové rozlišení: signál ze dvou blízkých míst v prostoru.

Nevýhodou je poměrně složité zpracovávání výsledného signálu, obtížná kvantifikace a interpretace dat.

2.2 Historie SIMS

Počátek této metody můžeme datovat do první poloviny 20. století, kdy J. J. Thomson experimentálně potvrdil existenci sekundárních iontů. V provedeném experimentu zaměřil Li^+ primární ionty na NaF a CaF substráty, výsledkem byly naměřené negativní sekundární ionty. Díky tomuto experimentu a se znalostí, že magnetické pole efektivně mění trajektorii iontového svazku, mohl být první pozitivní iontový hmotnostní spektrometr postaven. Následovaly přístroje na podobném principu od Millikana a Astona.

Vývoj SIMS přístrojů je úzce spojován s vývojem vakuové techniky, která byla pro povrchovou analýzu pomocí iontů nezbytná. První oficiální SIMS přístroj byl postaven za účelem zkoumání mimozemských vzorků. Nechala si jej zhotovit americká NASA na počátku 60. let minulého století. Jednalo se tehdy o analýzu vzorků z Měsíce. Jakmile tato metoda předčila očekávání, přesné kopie přístroje byly vyrobeny a uvedeny na trh. Od té doby význam SIMS techniky rostl, byly vyvíjeny nové detekční metody (např. *Quadrupole SIMS*, *Time-of-Flight SIMS*). Největšími odběrateli SIMS přístrojů jsou v dnešní době polovodičový a optoelektrický průmysl.

2.3 Princip metody SIMS

SIMS je přímá technika, ve které fokusovaný iontový svazek dopadá na pevný povrch zkoumaného materiálu. Nejobtížnější je optimální nastavení počátečních podmínek primárního svazku tak, aby druh analýzy vyhovoval zkoumanému vzorku, typu povrchu, nastavení analyzátoru apod. Jak již bylo řečeno, urychlovací energie primárních iontů se pohybuje v rozmezí $\sim(0,1 - 50)$ keV. Pro LMIG (odstavec 3.2.2) je optimální energie svazku 30 kV. Příkladem typu primárního iontového svazku může být: O^- , O_2^+ , Cs^+ , Ga^+ , In^+ , Au_n^+ , Bi_n^+ , SF_5^+ , C_{60}^+ , C_{84}^+ , $C_{24}H_{12}^+$, Ne^+ , Ar_n^+ , Xe^+ , kde n značí počet v intervalu od jednotek až do několika tisíc. V tubusu iontového zdroje existuje mnoho apertur a čoček upravujících svazek do podoby, ve které dopadne na povrch vzorku (úhel dopadu, šířka pulsu svazku, velikost stopy dopadu, velikost proudu). V závislosti na složení povrchu zkoumaného materiálu hraje důležitou roli i polarita iontů (odstavec 2.3.3).

Detekční limity² SIMS jsou závislé na typu zkoumaného materiálu. V dynamickém módu detekce sekundárních iontů roste, obvykle se pro stopové prvky pohybuje v rozmezí

² Schopnost přístroje detekovat malé koncentrace a koncentrační rozdíly.

$10^{12} - 10^{16}$ atomů/cm³.

2.3.1 Proces odprašování

Fokuseovaný primární svazek iontů dopadá na povrch materiálu a srazí se s částicemi z vnějších monovrstev. Jedná se o přenos energie z rychlého primárního iontu na cílený atom ve vzorku. Taková interakce se dělí na *pružné* (elastické) a *nepružné* (neelastické) srážky. Během pružné srážky předává iont svou energii ve formě hybnosti jinému iontu, atomu nebo molekule ze vzorku, tudíž mění také svou trajektorii, tzv. *kinetické odprašování*. Naopak při nepružné srážce je dráha původního iontu zachována, jelikož energie je zde reprezentována ve formě excitace elektronů, tzv. *potenciální odprašování*. Během tohoto typu srážky se může elektron v atomu dostat na vyšší energiovou hladinu.

Lineární kaskádový model je nejjednodušší způsob kvantitativního objasnění odprašování sekundárních iontů. Uvažujeme zde pouze pružné srážky (klasický model kulečnickových koulí), tedy nedochází k excitaci elektronu. Pravděpodobnost směrového elastického rozptylu je dána Rutherfordovým vztahem³:

$$\sigma(\theta) = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E_k} \right)^2 \frac{1}{\sin^4\left(\frac{\theta}{2}\right)} \quad (2.1)$$

kde θ je úhel rozptylu, Z_1 atomové číslo dopadající částice, Z_2 atomové číslo cílené částice, E_k je kinetická energie dopadající částice a veličina $\sigma(\theta)$ představuje tzv. *účinný průřez*⁴, který reprezentuje rozptyl do určitého směru. Integrací $\sigma(\theta)$ přes celý prostorový úhel se získá pravděpodobnost rozptylu do všech směrů, vznikne tzv. *totální účinný průřez*.

Aby bylo odprašování úspěšné, musí být energie dopadajících iontů větší než vazebná energie atomů na povrchu vzorku. Vše závisí na faktu, že se energie zachovává (první termodynamický zákon), tedy rychlé primární ionty předávají svou hybnost částicím na povrchu. Kaskádový model se nazývá proto, že se jedná o sérii mnoha srážek velkého počtu atomů. Míra minimální vzdálenosti dvou atomů při srážce a/nebo atomu a iontu je dána Coulombovským potenciálem. Newtonova mechanika dostatečně přesně popisuje změnu energie dopadajícího iontu po odrazu na atomu povrchu:

$$\frac{E_1}{E_0} = \left\{ \frac{\cos \phi_1 \pm \left[\left(\frac{m_2}{m_1} \right)^2 - \sin^2 \phi_1 \right]^{1/2}}{[1 + (m_2/m_1)]} \right\}, \quad (2.2)$$

kde E_0 je dopadová energie iontu, E_1 energie iontu po srážce, m_1 hmotnost iontu, m_2 je hmotnost atomu/iontu v pozorovaném vzorku a ϕ_1 je rozptylový úhel (změna trajektorie dopadajícího iontu).

Energie zasaženého atomu/iontu je dána vztahem:

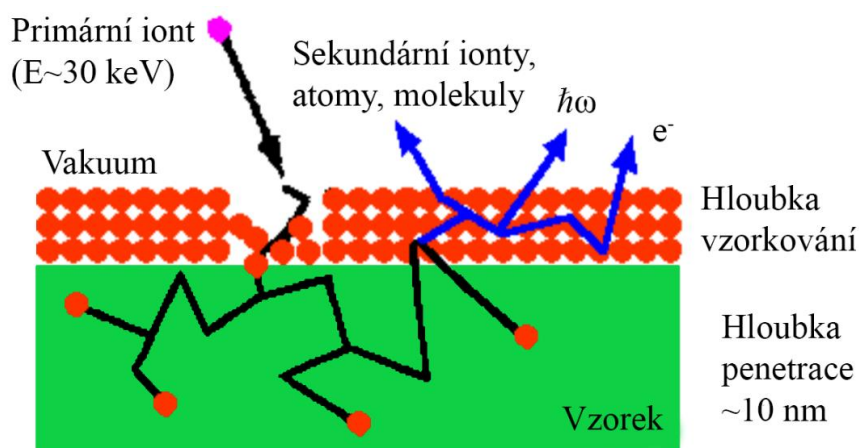
$$\frac{E_2}{E_0} = \cos^2 \phi_2 \left\{ \frac{[4 \cdot (m_2/m_1)]}{[1 + (m_2/m_1)]^2} \right\} \quad (2.3)$$

kde E_2 je energie odraženého atomu/iontu a ϕ_2 je úhel odrazu (změna trajektorie odraženého atomu/iontu vzhledem k původnímu směru dopadajícího iontu). Po srážce může tedy primární iont ztratit část nebo veškerou svou energii a podle toho se jeho trajektorie mění.

³ Pojmenován podle novozélandského fyzika Ernesta Rutherforda.

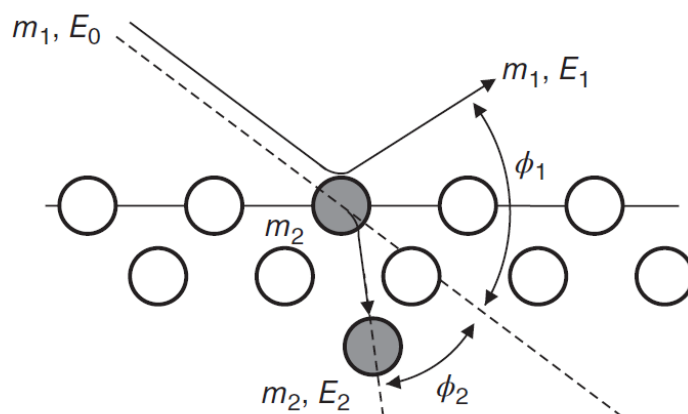
⁴ angl. cross section

Výsledkem může být *implantace* do materiálu, vypaření se nebo odraz od povrchu.



Obr. 2.2: Proces odprašování pomocí primárních iontů za vzniku sekundárních iontů a/nebo atomů, molekul, fotonů ($\hbar\omega$ představuje energii fotonu o určité vlnové délce), elektronů. Převzato a upraveno z [3].

Atomy vzorku, které tímto způsobem získají energii, se nazývají *zpětné atomy*. Můžou se nadále srážet s ostatními částicemi povrchu a předat jim svou energii. Tím se jejich trajektorie pohybu neustále mění a mohou se tak dostat až do vnitřních vrstev (do hloubky až 10 nm), to způsobuje tzv. *míšení povrchu*. Mluví se o *isotropickém* šíření energie (energie je disipována do všech tří směrů).



Obr. 2.3: Schéma jednoduché srážky dopadajícího iontu na monovrstvu pozorovaného vzorku. Převzato a upraveno z [1].

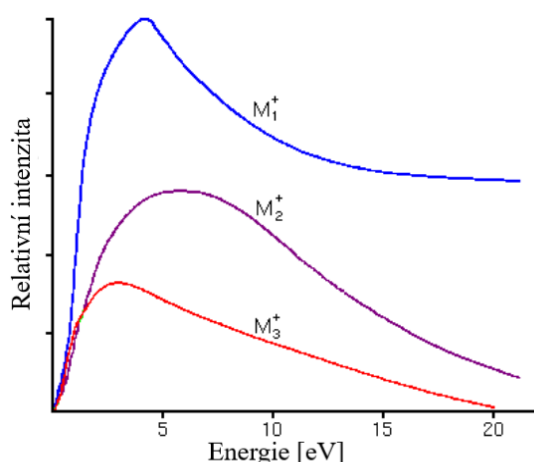
Naopak jiné atomy, které jsou těmito srážkami „odraženy“ přes vnější monovrstvu povrchu, představují odprašený materiál. Nad povrchem se tedy mohou vyskytnout odražené primární ionty spolu s elektrony a fotony, sekundární ionty nesoucí negativní, nebo pozitivní náboj, atomy nebo molekuly (až 90% odprašeného materiálu pochází z první monovrstvy). SIMS je založen na detekci sekundárních iontů. Některé verze mají zabudovaný i detektor sekundárních elektronů.

Odprašovací rychlost se v běžných SIMS experimentech pohybuje okolo (0,5 – 5) nm/s.

Výtěžek odprašování⁵ je dán podílem odprašených atomů k počtu dopadajících primárních iontů, obvykle tento poměr vychází 1 – 15.

2.3.2 Rozdělení energií sekundárních iontů

Proces odprašování produkuje sekundární ionty s velkými energetickými rozdíly. Kinetická energie se obecně pohybuje v intervalu od nuly do několika stovek eV. Rozdělení energie se velice liší pro atomové a molekulové ionty. Molekuly mají relativně úzké rozdělení této energie, jelikož je jejich kinetická energie z části uchována ve vibračních a rotačních stavech, zatímco atomový iont má veškerou energii v translačních stavech. Atomové ionty mají pomaleji se měnící rozdělení energií.



Obr. 2.4: Graf rozdělení energií mono, di a tri atomových sekundárních iontů. Převzato a upraveno z [3].

2.3.3 Výtěžek sekundárních iontů

Účinnost ionizace v metodě SIMS se nazývá *výtěžek iontů* a je definována jako část odprašených sekundárních iontů, které jsou ionizovány. *Koeficient oprašování*, zn. Y , je definován jako výtěžek vyvolaný dopadem jednoho iontu na povrch vzorku. Největším vlivem na výtěžek iontů je schopnost atomu přijmout či odevzdat elektron, tj. ionizační potenciál pro kladné ionty a elektronová afinita pro ionty záporně nabitě, to také souvisí s použitým primárním svazkem.

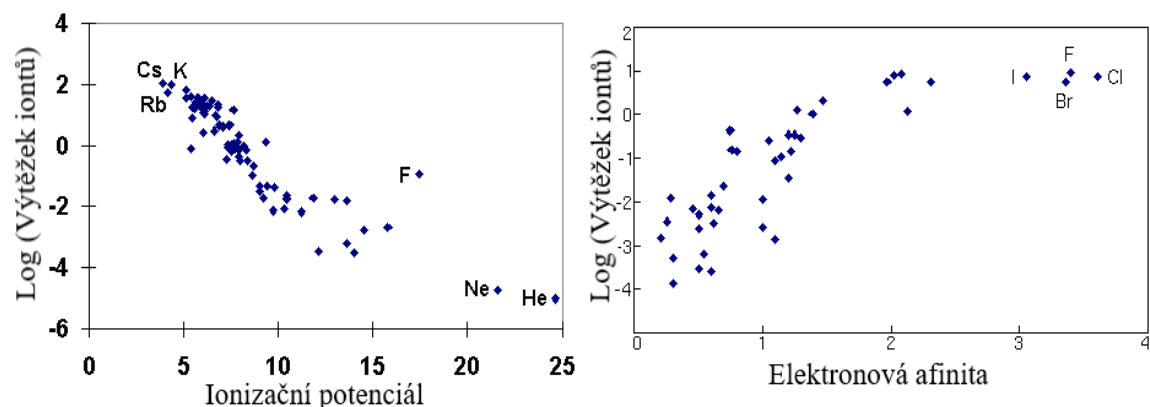
Některé z prvků s vyšším ionizačním potenciálem méně pravděpodobně utvoří pozitivně nabitě sekundární ionty. Podobně prvky s vyšší elektronovou afinitou pravděpodobněji vytvoří negativně nabitě sekundární ionty. Toto popisují rovnice:

$$\begin{aligned} Y(M^+) &\propto \exp(W - I) \\ Y(M^-) &\propto \exp(EA - W), \end{aligned} \quad (2.4)$$

kde $Y(M^+)$ reprezentuje výtěžek pozitivních sekundárních iontů, $Y(M^-)$ výtěžek negativních sekundárních iontů, I je ionizační potenciál, EA elektronová afinita, W je výstupní

⁵ angl. *the sputter yield*

práce⁶. Mezi další vlivy patří také mechanismus energetického přenosu během odprašování, struktura zkoumaného materiálu (amorfni, krystalická), teplota vzorku apod.



Obr. 2.5: Vlevo: graf logaritmu výtěžku pozitivně nabitých iontů pro některé prvky v závislosti na ionizačním potenciálu (klesající funkce). Vpravo: graf logaritmu výtěžku negativně nabitých iontů v závislosti na elektronové afinitě (rostoucí funkce). Převzato a upraveno z [3].

Použitý primární svazek mění koeficient odprašování. Nejznámějším příkladem je rozdíl kyslíku a cesia. Zlepšení použitím kyslíkového svazku (O_2^+ , O^-) vychází z vazby kov-kyslík. Když se totiž tato vazba rozbije během iontové emise, kyslík se stane negativně nabitý, jeho elektronová afinita přitahuje elektrony a tím zvýší výtěžek pozitivních iontů. Kov je ponechán s kladným nábojem. Jestliže tedy bombardujeme kyslíkem, roste koncentrace kyslíku na povrchu vzorku. Mezi prvky, které je vhodné odprašovat kyslíkem, patří např. *Na, K, Al, Fe, Mn, ...*

Bombardujeme-li cesiem (Cs^+), zvyšuje se výtěžek negativních iontů. Je to způsobeno tím, že více sekundárních elektronů je excitováno přes povrchovou potenciálovou bariéru (snížení výstupní práce). S rostoucím počtem elektronů roste také tvorba negativních iontů. Prvky vhodné odprašovat cesiem jsou např. *C, Si, P, S, Au, ...*

⁶ Energie potřebná k tomu, aby elektron opustil pevnou látku.

3 MIKROSKOP TOF-SIMS

Obsahem této kapitoly je popis fungování přístroje TOF.SIMS5 a jeho částí z firmy IONTOF, kterým disponuje výzkumné centrum CEITEC¹. Jedná se o kombinaci techniky SIMS a hmotnostní analýzy na základě doby letu². Přístroj poskytuje detailní prvkovou a molekulovou analýzu povrchů materiálů, tenkých vrstev a umožňuje vytvářet trojrozměrné modely [5].

3.1 Statický a Dynamický SIMS

S vývojem hmotnostní spektrometrie v 60. letech minulého století nastoupily lepší techniky pro analýzu povrchu materiálu. Statický SIMS umožňuje zachovat integritu povrchu po dobu delší, než je interval analýzy. Proudová hustota ve zdroji primárního svazku by neměla přesáhnout hodnotu $5\text{ nA} \cdot \text{cm}^{-2}$ za 1000 s a více (1 nA je ekvivalentní $6,28 \cdot 10^9$ iontů za sekundu). Při zachování dalších podmínek, je možné prodloužit životnost svrchních monovrstev až na několik hodin. To má za následek:

- Vysokou citlivost a detekční limity.
- Značné hmotností rozlišení.
- Prostorové rozlišení.

Dynamický SIMS využívá nepřetržitý fokusovaný svazek primárních iontů k odstranění materiálu z povrchu zkoumaného vzorku během odprašování (viz sekce 2.3.1). V případě TOF-SIMS5 v CEITECu je využit tzv. *dual beam mode*. Jedná se o kombinaci dvou primárních iontových svazků umístěných pod úhly 45° . Zatímco první svazek (Bi_{1-7}^+) postupně analyzuje dno oblasti zájmu, druhý (Cs^+ nebo O_2^+) odprašuje kráter. Nová verze odprašovacího děla v mikroskopu TOF-SIMS5 je *GCIB*³. Hlavním rozdílem je množství poškození, které dopadající ionty způsobí. Větší ionty umožňují odstranění celé poškozené oblasti, jehož výsledkem je nová vrstva připravená pro dopad primárních iontů určených k analýze. Atomy/molekuly přítomny na povrchu nejsou, narozdíl od statického módu, tak důležité pro zkoumání topografie vzorku. Informaci o materiálu získáváme ve formě hloubkové distribuce měřeného signálu jako funkci sekundárních iontů na čase odprašování. Profily se pohybují v rozmezí od několika nm až do $\sim 10\text{ }\mu\text{m}$, v ideálním případě je rozlišení 1 nm. Spojením prostorových snímků lze sestavit trojrozměrný obraz odprašeného materiálu. Parametry dynamického SIMSu jsou:

- Kombinace citlivosti a detekčních limitů.
- Vysoké hmotnostní rozlišení.
- Hloubkové rozlišení.

Optimalizací jednoho z výše uvedených parametrů dochází zpravidla ke ztrátě kvality u ostatních [1], [6], [7].

¹ the Central European Institute of Technology

² Time-of-Flight, zn. TOF

³ z angl. Gas Cluster Ion Beam, Iontový svazek tvořený ionizací plynného klastru

3.2 Přístrojové vybavení

Experimentální uspořádání v SIMS je důležité pro druh analýzy, kterou chce uživatel realizovat. Komerčně dostupné přístroje umožňují mnoho úprav a nastavení v závislosti na potřebách experimentu. Parametry pro měření jsou například:

- Polarita primárních iontů: pozitivní/negativní.
- Hmotnostní rozlišení: schopnost přístroje rozeznat dva signály různých hmotností.

$$R = \frac{m}{\Delta m}, \quad (3.1)$$

kde m je průměrná hmotnost dvou zkoumaných iontů a Δm je hmotnostní rozdíl.

- Prostorové rozlišení: schopnost přístroje separovat dva signály vycházející z různých míst.
- Hloubkové rozlišení: schopnost přístroje odlišit dva signály stejného iontu vycházející z různé hloubky vzorku.
- Energiové rozlišení: schopnost přístroje separovat dva signály iontů o různých energiích.

V této podkapitole jsou popsány části mikroskopu SIMS od iontového zdroje po detektor [1].

3.2.1 Vakuum

Vakuová technika je v oblasti analýzy povrchu materiálu nesmírně důležitá. Nejčastější způsob kontaminace vzorku částicemi z plynu v komoře je *adsorpce*. Jedná se o proces, ve kterém se částice plynu hromadí na povrchu vzorku pomocí mezipovrchových přitažlivých sil. Rozlišují se dva druhy: fyzikální (Van der Waalsovy síly) a chemická (tvořena chemickými vazbami). Tento problém nastává při měření prvků jako jsou vodík, uhlík, kyslík a dusík. Řešením je snížení tlaku plynu v komoře, až na úroveň tzv. *Ultra High Vacua* ($< 1 \cdot 10^{-7}$ Pa). Toho docílíme speciálním materiálem komor a trubek a čerpáním atmosféry z těchto částí pomocí sérií pump. V mikroskopu TOF.SIMS5 v CEITECu je používána membránová vývěva pro předčerpání, k získání nižšího tlaku je následně zapnut systém turbomolekulárních pump s asistencí titanové sublimační vývěvy. Vše je monitorováno Piraniho nebo Penningovou měrkou. Integrovaný vakuový zásobník slouží k udržování lepšího vakua uvnitř hlavní komory a redukci provozního času membránové vývěvy [4], [8].

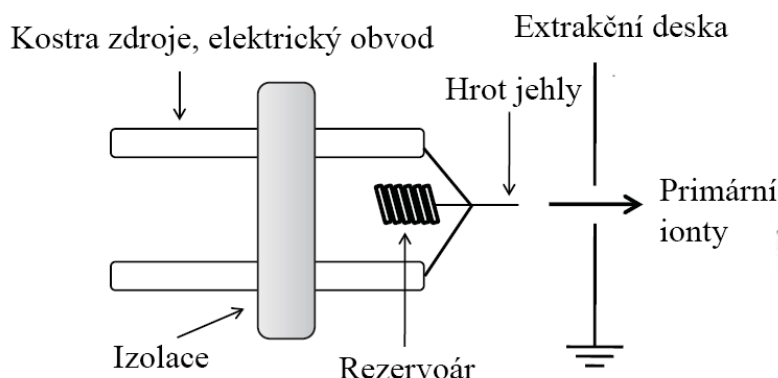
3.2.2 Zdroj primárních iontů

Aparát vzniku primárního iontového svazku se skládá z iontového děla, série čoček a apertur pro fokusaci a filtraci určitých iontů podle poměru q/m . Například v *duoplasmatronu* může dojít ke kontaminaci svazku a tím i vzorku částicemi z nerezové oceli (*Cr, Fe, Ni*) v iontovém zdroji.

Hlavní iontové dělo určené k analýze materiálu vzorku v TOF-SIMS5 je *LMIG*⁴. Využívá se z důvodu malé stopy svazku, velké proudové hustoty a úzkého energetického rozložení

⁴ z angl. Liquid Metal Ion Gun (Source), Iontový zdroj s kapalnou fází kovu

primárního svazku. Jeho základním principem je extrakce iontů bismutu z emitru s tekutým kovem v elektrickém poli. Dalším operujícím prvkem může být galium (FIB sekce 4.4) z důvodu jeho nízké teploty tání ($29,8\text{ }^{\circ}\text{C}$) a tlaku páry. Ga je většinou i nereaktivní a má také dostatečně velkou hmotnost pro odprašení těžších prvků ve vzorku. Další možnosti jsou Mn , Bi_n^{q+} , In^+ , Au_n^+ , kde n je nejčastěji od 1 do 5, q od 1 do 3.



Obr. 3.1: Jednoduché schéma LMIG zdroje. Jehla délky $\sim 1\text{ mm}$ je udržována pod dostatečně vysokým pozitivním extrakčním polem k uvolnění primárních iontů. Převzato a upraveno z [1].

V mikroskopu TOF-SIMS5 v LMIG zdroji se nachází rezervoár bismutu (40 mg) a manganu (ten je odseparován v hmotnostní filtru v tubuse zdroje) v pevném skupenství. Rezervoár je napojen na wolframové vlákno, zahřátím $BiMn$ na teplotu blízkou teplotě vypařování, steče $BiMn$ po vlákne až na špičku (vlivem kombinací síly elektrické a povrchového napětí). V tomto stavu vydrží LMIG několik stovek hodin až do vyčerpání $BiMn$ vrstvy na vlákne wolframu. Poté se musí proces zahřívání opakovat. Ve chvíli, kdy elektrické pole ve vrcholu hrotu z $BiMn$ dosáhne hodnoty $\sim 10\text{ V/nm}$, spustí se emise a špička jehly se upraví do tvaru tzv. *Taylorova kužele*. Jeho poloměr v místě vzniku primárních iontů se pohybuje v jednotkách nm. Kladné ionty vylétávají vlivem extrakčního napětí, pro Bi_n^{q+} je optimální energie 30 kV. Samotný zdroj iontů je udržován pod vysokým vakuem minimálně 10^{-6} Pa . Elektrostatické čočky a systém apertur v tubusu iontového zdroje upravují intenzitu a šířku pulsu primárního svazku.

Mezi další iontové zdroje, kterými disponuje TOF-SIMS5 je dupolazmatron (Duo). Vytváří ionty O^- , O_2^+ s vysokou odprašovací rychlostí. Principem je tvorba elektrického výboje v rezervoáru s požadovaným plynem. Přivedením magnetického pole vzniká plasma, ze které jsou extrahovány ionty.

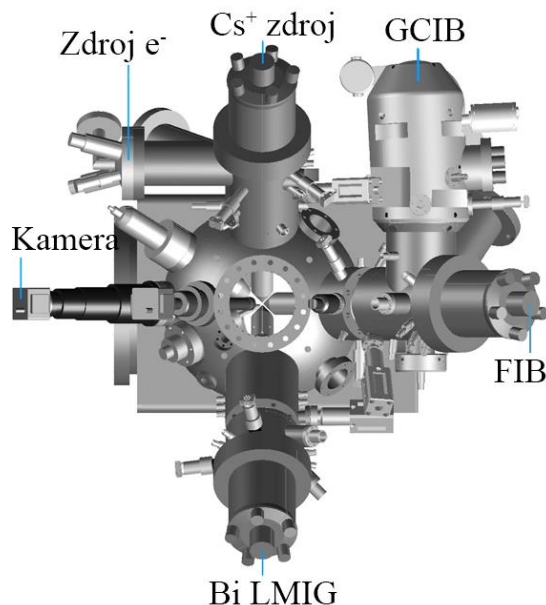
*Povrchově ionizační*⁵ zdroj vytváří alkalické ionty (Cs^+) využívané k odprašování vzorku. Cesium se uchovává v rezervoáru ve formě uhličitanu. Sublimací se atomy cesia dostávají ke kontaktu se zahřátým wolframovým plátem (ionizátor). Extrakčním napětím jsou ionty urychlovány.

Iontový svazek tvořený ionizací plynného klastru se využívá také jako zdroj určený k odprašování povrchu vzorku. Atomy Ar^+ nebo O_2^+ jsou ve shluku velkých molekul v plynné fázi. Klastrové ionty jsou tvořeny expanzí plynu o vysokém tlaku (25 bar Ar^+ , 50 bar O^+) do oblasti vysokého vakua. Dopadem elektronů dojde k ionizaci a jsou elektrostaticky

⁵ angl. Surface Ionization, zn SI

urychleny a fokusovány na vzorek.

*Fokusovaný iontový svazek*⁶ funguje na stejném principu jako LMIG s galiovými primárními ionty. Nízký aperturní proud ve svazku umožňuje lepší zobrazovací rozlišení než *Bi* LMIG. Primárně slouží ke tvorbě příčných řezů vzorků (viz 4.3) [1], [4], [9].



Obr. 3.2: Pohled shora na uspořádání iontových zdrojů v TOF-SIMS5 mikroskopu. Tubus analyzátoru s TOF detektorem zde není zobrazen, je umístěn kolmo na hlavní komoru. Převzato a upraveno z [9].

Tab. 3.1: Vlastnosti iontových zdrojů, které jsou součástí TOF-SIMS5 mikroskopu. Převzato a upraveno z [1].

Zdroj	Druh iontů	Energie [keV]	Velikost stopy	Primární účel
LMIG	Bi_n^{q+}	< 30	100 nm	Chemická analýza
Duo	O_2^+	< 2	50 μm	Odprašování, $Y(M^+)$
SI	Cs^+	< 2	30 μm	Odprašování, $Y(M^-)$
GCIB	$\text{Ar}^+, \text{O}_2^+$	< 30	8 μm	Odprašování
FIB	Ga^+	< 30	60 nm	Úprava vzorku, tomografie

3.2.3 Time-of-Flight SIMS

Aparát sekundárních iontů⁷ je část SIMS zařízení, ve které jsou ionty vycházející z povrchu vzorku shromážděny, filtrovány a fokusovány na detektor. Skládá se z množství elektrostatických čoček a deflektorů, energiového filtru (ohraničuje energiové spektrum sekundárních iontů), hmotnostního filtru a detekčního systému (detekce sekundárních iontů je popsána v odstavci 3.2.4). Celkové uspořádání aparátu sekundárních iontů, tedy i detekční schopnosti zařízení, je dáno právě typem hmotnostního filtru. Ty se dělí na:

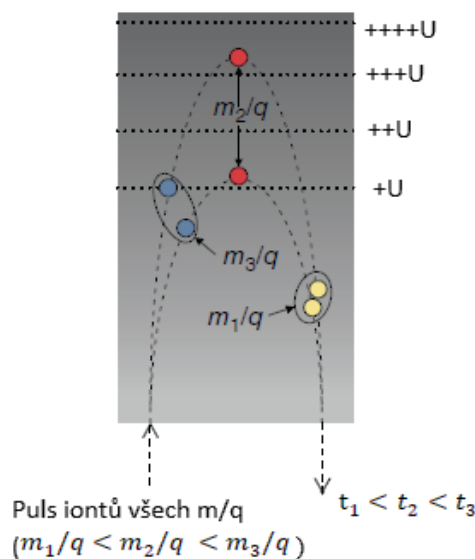
- Quadrupole
- Magnetic sector

⁶ angl. Focused Ion Beam, zn. FIB

⁷ z angl. secondary ion column

- Time of Flight

Pomocí kombinace elektrického a magnetického pole jsou v prostoru analyzátoru filtrovány částice podle určitých parametrů. Tyto částice poté dopadají na detektor.



Obr. 3.3: Schéma hmotnostního separátoru kladných iontů pomocí doby letu založeného na dvojnásobné dráze letu pomocí odrazných panelů, na kterých je přivedeno napětí. Puls iontů vstupuje do TOF separátoru v různých časech v závislosti na jejich poměru m/q . Převzato a upraveno z [1].

Separace částic pomocí doby letu je hojně využívanou metodou v mnoha zařízeních SIMS. Její předností je detekční schopnost částic různých poměrů hmotnosti a náboje. Naopak nevýhoda je spojena s možností ztráty detekčních limitů, popř. s nárůstem času analýzy v dynamickém módu. Měří dobu letu částice na určité vzdálenosti a rozlišuje je podle poměru m/q , kde m je hmotnost částice a q její náboj (většina sekundárních iontů má náboj $\pm 1e$, popř. násobky e). Nejprve jsou sekundární ionty urychleny napětím (U) na určité vzdálenosti (d), získají kinetickou energii (E). Platí tedy:

$$\frac{1}{2}mv^2 = qU \quad (3.2)$$

Se znalostí délky dráhy (L), kterou ionty urazí a s faktem, že těžší atomy získají menší rychlost než atomy lehčí, rovnice (3.2) se přepíše takto:

$$t = L \sqrt{\frac{m}{2qEd}} \quad (3.3)$$

V rovnici (3.3) je napětí U (obvykle se pohybuje v řádech jednotek až desítek kV) nahrazeno součinem $E \cdot d$. Charakteristická délka trubky v časové separaci je $L \sim 2$ m. Čas, za který nabitá částice urazí takovou vzdálenost, je tedy v řádech mikrosekund.

Problémem jsou počáteční podmínky iontů před urychlením napětím. Například částice, které jsou urychleny těsně po sobě, jsou těžce rozlišitelné detektorem, nebo částice nacházející se v různých místech pole. Pro potlačení podobných vad včetně vzájemného ovlivňování částic se využívá časového oddělení skupin sekundárních iontů. Toho se docílí pulsujičím primárním svazkem [1], [10], [11].

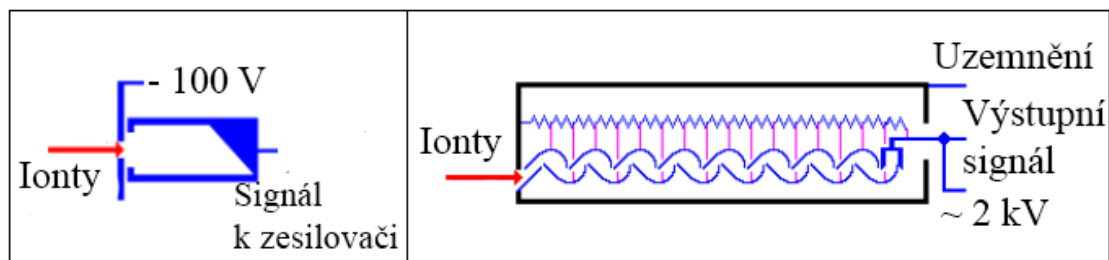
3.2.4 Detektor sekundárních iontů

Detektory v SIMS zařízeních jsou založeny na faktu, že sekundární ionty mají náboj. Jedná se o převod energie (hybnosti) jednoho iontu na elektrický proud. Ten je definován jako velikost náboje za jednotku času, jeden iont za 1s je ekvivalentní proudem $1,602 \cdot 10^{-19}$ A. Detektor tedy převádí počet iontů na veličinu jako je proud, který se dále dá změnit na veličinu závisající na frekvenci, např. *counts per second (cps)*. Účinnost se dále zvyšuje s rostoucí dopadovou energií iontů (~ 4 keV).

Obecně detektory pro SIMS pracují na výše uvedeném principu, hlavní rozdíly spočívají v *detekčních limitech* (reakce detektoru), *dynamickém rozsahu* (počet měřitelných iontů za sekundu) a schopnosti detektoru poskytnout informace o prostorovém rozložení dopadajících iontů. Nejznámější z nich jsou: *Faraday Cup (FC)* a *Elektronový násobič*⁸.

Faraday Cup, pojmenovaný po experimentátoru Michaelu Faradayovi, je jeden z nejstarších senzorů proudu. Skládá se z kovové izolované „misky“, na kterou dopadají nabitě částice. Při dopadu je náboj uložen a pomocí zesilovače může být převeden na napětí. Měnič napětí/frekvence zaručí převod signálu do cps. Obr. 3.4 ukazuje schéma jednoduchého FC.

Elektronový násobič se využívá pro detekci i jiných částic než iontů. Podstatou je, aby měřené částice byly po dopadu schopny sekundární emise elektronu z povrchu. Pravděpodobnost sekundární emise elektronu po dopadu iontu je nazývána *detekční kvantová účinnost*. Emitované elektrony jsou poté urychleny na následující elektrodu⁹, kde dochází k další sekundární emisi, tyto elektrony jsou urychleny na další a tak dále. Tato kaskáda sekundární emise může mít za následek mezi 10^4 až 10^9 elektronů za jediný dopad iontu. Jedním druhem takového násobiče je DD-EM. Ten je tvořen jednotlivými elektricky izolovanými elektrodami, tzv. *dynody*. Hlavní výhodou takového uspořádání je vysoká přesnost a citlivost [1],[2], [3].



Obr. 3.4: Schématické zobrazení FC detektoru (vlevo) a DD-EM (vpravo). Převzato a upraveno z [2].

3.3 Výstupní data

Obr. 2.1 poskytuje základní schéma SIMS metody s ukázkou výstupních dat ve formátu hmotnostního spektra, hloubkového profilování a prostorových snímků (zobrazení ve dvou nebo třech dimenzích).

⁸ angl. Electron multiplier

⁹ Urychlovací napětí mezi dvěma elektrodami se pohybuje v rozmezí několika stovek voltů.

3.3.1 Hmotnostní spektrum

Hmotnostní spektrum je graf závislosti intenzity na poměru m/q . Intenzita se udává např. v [cps], nejčastěji se zobrazuje v logaritmickém měřítku z důvodu velkého dynamického rozsahu. Měření jsou jen ty sekundární ionty, které vyhovují předdefinovanému poměru m/q a polaritě. Data jsou ovšem zatížena několika chybami, nastávají například případy tzv. *hmotnostní interference*¹⁰. K tomuto jevu dochází převážně u částic s vyšším protonovým číslem z důvodu četnějších kombinací atomů vytvářejících molekuly. Jedná se o překryv spektrálních čar vlivem podobnosti hmotností sekundárních iontů různých prvků. Schopnost přístroje si poradit s interferencemi je dána hmotnostním rozlišením, viz rovnice (3.1). To se může lišit o hmotnostní jednotku¹¹, označované jako *nominální hmotnostní rozlišení* [1], [3].

3.3.2 Hloubkový profil

Hloubkové profilování v dynamickém režimu SIMS umožňuje získání informace o vzorku také z části pod povrchem. Sledováním intenzity určitého prvku v průběhu času získáme hloubkový profil takové částice. To může být uskutečněno v hloubce pár nanometrů až do řádu několika mikrometrů. Obdržená data jsou ve formě grafu závislosti intenzity sekundárních iontů na čase odprašování. SIMS disponuje funkcí tzv. *profilometr*, která určuje konečnou hloubku kráteru vytvořeného primárními ionty, provede dělení celkovým časem odprašování a získá tak průměrnou odprašovací rychlost. Dalším výstupem hloubkového profilování může být i graf koncentrace částic na hloubce.

Hloubkové rozlišení se pohybuje v rozmezí jednotek nm. Je ovlivňováno mnoha faktory jako přesnost určení hloubky kráteru, homogennost signálu, odolnost částí materiálu vůči odprašování apod [1], [12].

3.3.3 Prostorové snímky

Intenzita sekundárních iontů v závislosti na poloze na vzorku určuje prostorové zobrazení atomů a molekul. 3D profil je zkonstruován překrýváním 2D snímků jako funkce závislé na čase odprašování a tím i hloubkovém profilu. Většina 3D snímků bývá zkrešlena z důvodu různé odprašovací rychlosti částí snímku a že hloubkové rozměry jsou velice malé v porovnání s prostorovým snímkem (nesprávně měřítko). Rozměry 2D obrázků se pohybují v řádech desítek až stovek μm .

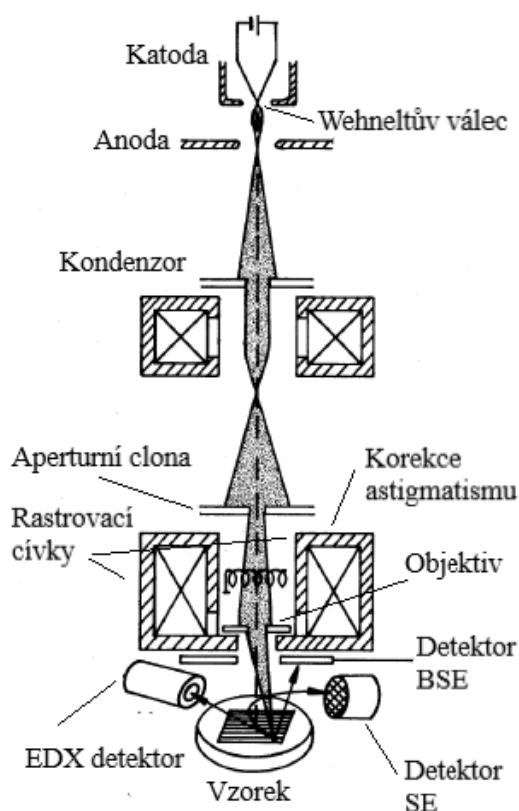
V zobrazovacím módu primární svazek postupně skenuje vzorek a počítač si ukládá intenzitu sekundárních iontů jako funkci pozice primárního svazku. Mezní laterální rozlišení může pro poslední generaci LMIG zdroje dosahovat 20 nm [1], [3].

¹⁰ Typickým příkladem je analýza železa ($^{56}\text{Fe}^+$) v křemíku ($^{28}\text{Si}_2^+$), mají stejný poměr m/q .

¹¹ angl. Atomic mass unit, zn. *u*

4 RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

V této části bakalářské práce se zabývám principy a fungováním elektronového mikroskopu a jeho součástí, zejména tedy popisem zařízení TESCAN LYRA3, na kterém jsem měřil ve výzkumném institutu CEITEC. Rastrovací elektronový mikroskop¹ je typ mikroskopu, kde fokusovaný elektronový svazek je namířen na vzorek a postupně rastruje (skenuje) po povrchu a generuje snímek s rozlišením obvykle lepším než 10 nm. Obraz je vytvářen detekcí sekundárních nebo zpětně-odražených elektronů² emitovaných z místa skenování pomocí primárního svazku. Součástí zařízení systému LYRA3 je také fokusovaný iontový svazek (FIB) využívající se jako mikro- a nano-oblábací nástroj pro manipulaci a úpravu materiálů. Dále je k mikroskopu připojen detekční systém EDX³ a GIS⁴ (viz 6.1.1), který vytváří potřebnou atmosféru v komoře například pro depozici platiny a wolframu pro přípravu lamel [13], [14], [15].



Obr. 4.1: Základní schéma rastrovacího elektronového mikroskopu s Gaussovským profilem svazku. Převzato a upraveno z [16].

¹ angl. scanning electron microscopy, zkratka SEM

² angl. backscattered electrons (BSE)

³ z angl. Energy Dispersive X-Ray Detection, energiově dispersní spektroskopie

⁴ z angl. Gas Injection System, systém vstřikování plynu

4.1 Principy rastrovacího elektronového mikroskopu

Rastrovací elektronová mikroskopie využívá urychlených elektronů k zobrazení a zvětšení zkoumaného vzorku. Na rozdíl od prozařovací elektronové mikroskopie⁵, kde se častěji projevuje vlnový charakter elektronu na základě DeBroglieho vlnové délky:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}}, \quad (4.1)$$

kde h je Planckova konstanta a E je energie elektronu dána vztahem $E = e \cdot U$, se u SEM výrazněji uplatňuje částicová povaha. Na základě tohoto principu u SEM není třeba vzorky nějak výrazně upravovat. Jejich velikost se může pohybovat až do desítek mm. Dopadající elektronový svazek o energii $E = 200 \text{ V} - 30 \text{ kV}$ tedy postupně bod po bodu skenuje povrch a získává tak snímek vzorku. V každém bodě dojde k interakci elektronového svazku s materiálem, vzniká řada detekovatelných signálů (částic) a s nimi lze poskládat výsledný snímek vzorku. Sekundárními částicemi mohou být *zpětně-odražené elektrony* (BSE), *sekundární elektrony* (SE), *Augerovy elektrony* (AE) a *záření X-ray* [16].

4.2 Elektronový zdroj

Základem jakéhokoli elektronového mikroskopu jsou elektrony. Jejich emisí, urychlením a fokusováním na vzorek získáme potřebný svazek k zobrazení topografie povrchu pro studium jeho vlastností a složení. Pro praktické účely SEM je důležitá možnost úpravy všech parametrů svazku jako je urychlovací napětí, velikost proudu, velikost bodu dopadu⁶ apod. Soustava elektrických a magnetických polí je zahrnuta v tubusu za účelem pohybu elektronového svazku po vzorku, náklonu svazku pod úhlem, rotace a stereo prohlížení. Odklonění od původního směru a zabránění elektronům dopadnout na vzorek způsobuje tzv. *beam blanker*. V současné době existují dva základní typy komerčně dostupných zdrojů elektronů, *termoemisní* a *autoemisní* [17], [18].

4.2.1 Termoemisní zdroje

V termoemisních zdrojích jsou elektrony nacházející se v materiálu, ze kterého je vyrobena katoda, na fermiho hladině E_F vytahovány termickou excitací, aby překonaly výstupní práci Φ . Vlákno je zahříváno pomocí elektrického proudu, elektrony jejichž energie ($E_{střední} \approx k_B T_c$) tímto postupem přesáhne výstupní práci, opustí katodu a stanou se z nich volné elektrony. Výstupní práce se liší podle toho, jaký prvek je použit na katodu. Hustota proudu takové emise je popsána Richardsonovým zákonem:

$$j_c = AT_c^2 \exp\left(-\frac{\Phi}{k_B T_c}\right), \quad (4.2)$$

kde A reprezentuje konstantu materiálu, ze kterého je vyrobena katoda, k_B je Boltzmanova konstanta a T_c je teplota hrotu katody, která pro wolfram dosahuje hodnoty $T_c = (2500 - 3000) \text{ K}$. Právě žhavené wolframové vlákno ve tvaru „V“ je nejčastějším zdrojem elektronů. Ty po překonání výstupní práce opouštějí katodu a jsou urychlovány elektrickým polem o napětí $U = (1 - 50) \text{ kV}$ k anodě. Za katodou je navíc umístěn

⁵ angl. Transmission Electron Microscopy, zkratka TEM

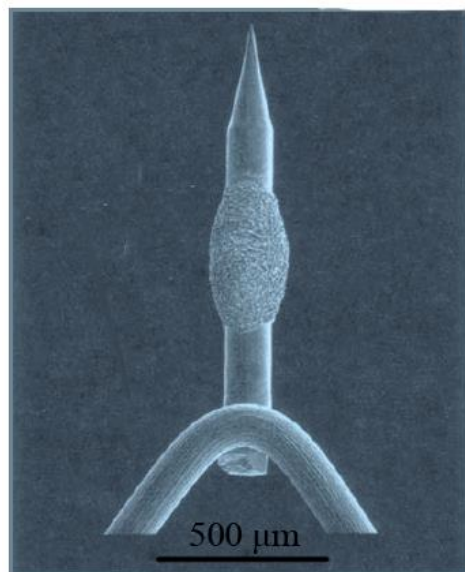
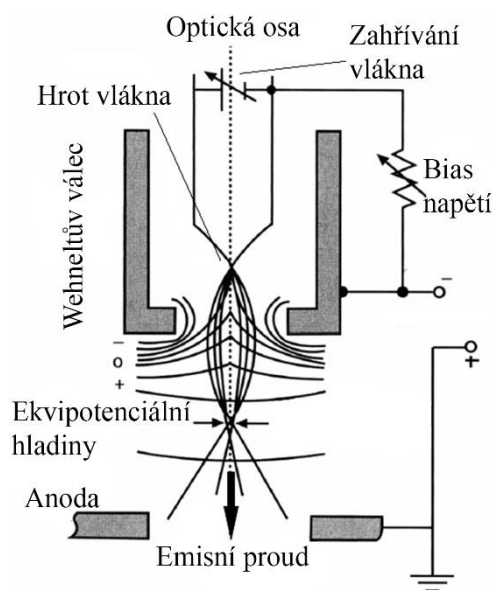
⁶ angl. spot size

tzv. *Wehneltův válec*, který slouží k prvotní fokusaci elektronů do jednoho svazku. Je nabit na malý záporný potenciál dostatečně velký k úpravě trajektorie elektronů, ale ne tolik, aby odstínil kladně nabitou anodu. Napětí mezi katodou a Wehneltovým válcem se anglicky nazývá *bias voltage*. Životnost elektronového zdroje je limitována mírou vypařování katodového materiálu, proto je celý systém umístěn ve vakuu, aby se zabránilo oxidaci. Dalším materiálem žhaveného vlákna může být LaB_6 , který má menší výstupní práci. Při stejné teplotě emituje tedy více elektronů než wolframové vlákno a má také vyšší životnost.

Schottkyho emisní zdroj vzniká úpravou termoemisních zdrojů. Když se zvýší intenzita elektrického pole E na katodě, dojde ke změně výstupní práce na tzv. *efektivní*:

$$\Phi_{ef} = \Phi - e \sqrt{\frac{e|E|}{4\pi\epsilon_0}} \quad (4.3)$$

Předpokládejme, že intenzita je dána vztahem $E \cong U/r$, kde r je průměr hrotu konce vlákna. Významná změna výstupní práce nastává při poloměru $r \leq 1 \mu m$. Například výstupní práce u wolframu při teplotě $T = 2800 \text{ K}$ je $\Phi = 4,5 \text{ eV}$, ztenčením špičky hrotu na hodnotu $r \cong 0,1 - 1 \mu m$ a použitím povlaku ZrO na W dojde ke snížení výstupní práce na $\Phi_{ef} = 2,7 \text{ eV}$. Pokles výstupní práce má za následek nižší teplotu pro emisi elektronů ze žhaveného vlákna. Nevýhodou úpravy povrchu wolframu je potřeba ještě kvalitnějšího vakua, v řádech 10^{-7} Pa [16], [19], [20].



Obr. 4.2: Vlevo: schéma termoemisního zdroje, základem je trioda (katoda, Wehneltův válec, anoda). Převzato a upraveno z [21]. Vpravo: Komerčně vyráběný Schottkyho emitter ZrO/W . Převzato a upraveno z [20].

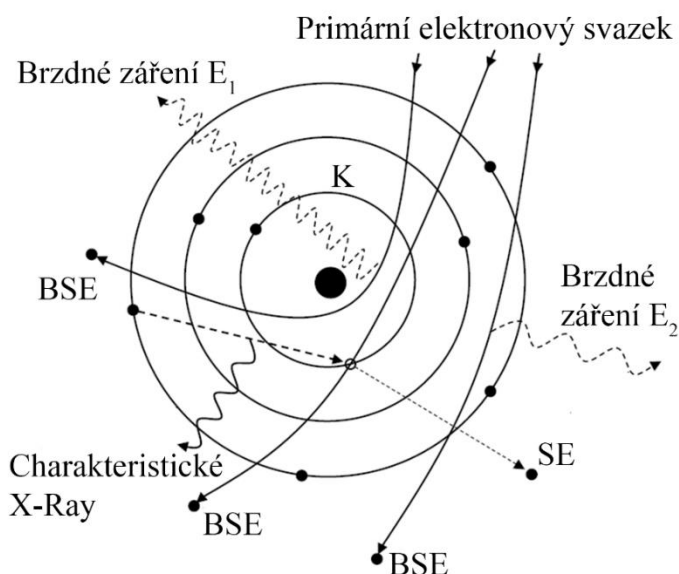
4.2.2 Autoemisní zdroje

U autoemisních zdrojů dochází k emitování elektronů zejména vlivem silného elektrostatického pole (studená emise), avšak může jít i o kombinace s termoemisním systémem. Gradient intenzity elektrického pole dosahuje hodnot větších než 10^7 V/cm . Pole o takové intenzitě dokáže zmenšit šířku potenciálové bariéry (výstupní práce,

kteřou elektrony musejí překonat, aby došlo k vytvoření volného elektronu) až na pár nm. Elektrony z fermiho hladiny v katodě mohou protunelovat skrz bariéru na základě kvantově-mechanického jevu. Takovým zdrojem se říká FEG⁷ a potřebují ultra-vysoké vakuum až 10^{-8} Pa [16], [21].

4.3 Interakce elektronů s pevnou látkou

Vzniklé urychlené elektrony jsou fokusovány soustavou čoček a apertur do podoby primárního svazku, který dopadá na vzorek. Jak již bylo zmíněno v odstavci 4.1, interakcí primárního svazku se vzorkem vzniká řada částic, které je přístroj LYRA3 schopný detekovat. Primární elektrony interagují s pevnou látkou na atomární úrovni formou rozptylu.



Obr. 4.3: Interakce primárních elektronů s jedním atomem vzorku v Bohrově modelu. Přímé čáry reprezentují dráhy elektronu, vlnité fotony. Primární elektron letící blízko jádra atomu vyzáří foton o energii E_1 . Ve větší vzdálenosti od jádra vzniká foton o energii E_2 , $E_1 > E_2$. Primární elektron vyrazí elektron z vnitřní slupky, vzniká SE. Z vnější slupky rekombinuje do prázdného místa jiný elektron za vzniku charakteristického rentgenového záření. Převzato a upraveno z [32].

Elastický (pružný) rozptyl je interakce primárního záporně nabitého elektronu s kladným jádrem atomu vzorku. Během této srážky nastane změna trajektorie elektronu, dojde také k zachování většiny jeho energie až na úkor brzdného záření, které elektron emituje při změně směru pohybu.

Neelastický (nepružný) rozptyl nastává převážně během interakce primárního elektronu s elektronovými obaly atomů ve vzorku, během níž primární elektron ztratí část nebo většinu své kinetické energie. Velikost úbytku energie závisí na typu interakce: *plazmonová excitace* (srážka: primární elektron-volný elektron, ztráta v jednotkách až desítkách eV), *obalová excitace* (srážka: primární elektron-elektron v atomovém obalu vzorku, který excituje do vyššího energetického stavu nebo je emitován ven ze vzorku

⁷ z angl. Field Emission Gun

ve formě SE, anebo tato energie může být vyzářena ve formě fotonu). Excitace probíhají u elektronů do fermiho meze a pouze v diskrétních energiových rozdílech počátečního a koncového stavu [16], [19], [22].

Interakcí primárního elektronu s elektronem z vnitřní vrstvy atomu může dojít k přeskoku na vyšší energiovou hladinu. Prázdné místo je posléze zaplněno některým elektronem z vnější slupky za vzniku světelného kvanta $E = \hbar\omega$, kde $\hbar$ je redukovaná Planckova konstanta a $\omega = c \frac{2\pi}{\lambda}$ je úhlová frekvence, c je rychlost světla ve vakuu. Vlnová délka pro rentgenové záření se pohybuje v rozmezí $\lambda = (0,001 - 10)$ nm, energie je v řádech keV. Energie emitovaného fotonu je shodná s deexcitační energií, která je dána rozdílem energií počátečního a koncového stavu. Ve smyslu Bohrova modelu atomu je nejjednodušší přechod na hladinu K. Tato energie je rovna:

$$\Delta E = E_n - E_1 = -R(Z - 1)^2 \left(\frac{1}{n^2} - \frac{1}{1^2} \right), \quad (4.4)$$

kde $R = \frac{me^4}{8\epsilon_0^2 h^2} = 13,6$ eV označuje ionizační energii atomu vodíku, Z reprezentuje atomové číslo, náboj je dán součinem $q = Z \cdot e$. Přechod na hladinu $n = 1$ z hladiny $n = 2$ se nazývá K_α , z hladiny $n = 3$ zase K_β .

Právě díky kvantování energiových přechodů a vlnových délek emitovaného záření lze provést chemickou analýzu složení materiálu detekcí tohoto rentgenového záření (EDX) [16].

4.3.1 Sekundární elektrony

Sekundární elektrony patří mezi nejdůležitější detekované signály v SEM. Vznikají na základě nepružného rozptylu primárního elektronu na elektronovém obalu atomu ve vzorku (obr. 4.3). Elektrony ve vnějších vrstvách obalu (vodivostní nebo valenční pás) mohou touto srážkou přijmout dostatek energie k excitaci do vyššího energického stavu, popřípadě i k překonání výstupní práce a opustit atom. Pokud se nacházejí dostatečně blízko povrchu (maximálně několika nm), opustí povrch vzorku a jsou detekovány. Jejich nízká výstupní energie (jednotky až desítky eV) umožňuje detekci pomocí pozitivně nabitě mřížky (~ 400 V) umístěné na okraji pohyblivého stolku pro vzorky. Následně jsou urychleny napětím ~ 5 kV a dopadají na fotonásobič, kde jsou měřeny kvanta světla, která tyto elektrony generují. Rozlišení snímků vytvořených pomocí sekundárních elektronů se pohybuje okolo 10 nm a výhradně předávají informace o povrchové vrstvě a topografii vzorku [16].

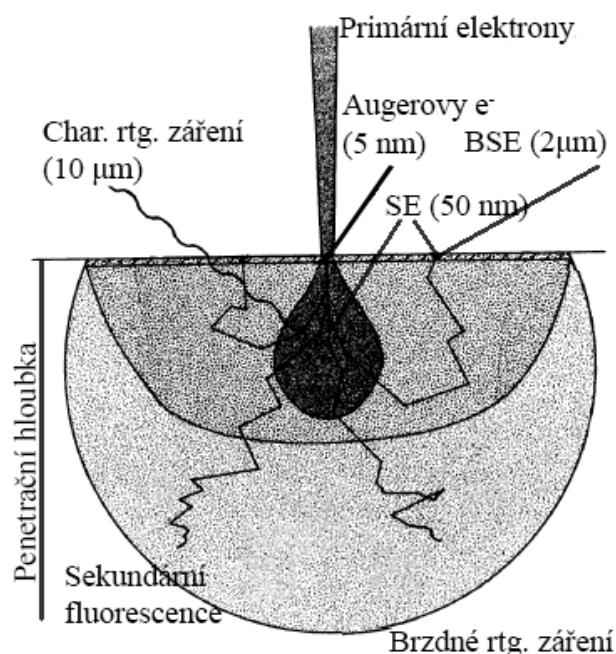
4.3.2 Zpětně-odražené elektrony

Zpětně-odražené elektrony spolu se sekundárními elektrony patří také mezi nejdůležitější signály, které SEM detekuje. Jsou to částice odražené od povrchu vzorku nebo to jsou primární elektrony proniknuté hlouběji do materiálu (okolo 1 μm) a následně kaskádou srážek se dostali zpět přes povrch pryč. Jejich energie se pohybuje okolo 70 % původní energie, na kterou jsou urychleny primární elektrony. Konvencí je dáno, že elektrony s energií $E_B > 50$ eV se považují za BSE a ty s energií $E_{SE} < 50$ eV jsou SE. Pravděpodobnost η , že elektron unikne ze vzorku přes povrch ve formě zpětně-odraženého elektronu, je dána rovnicí:

$$\eta = \int_{50}^E \frac{d\eta}{dE_B} dE_B = \frac{I_{BSE}}{I_p} , \quad (4.5)$$

kde I_{BSE} představuje proud, který vytvoří zpětně-odražené elektrony na detektoru a I_p je proud elektronové sondy. Analogicky se rovnice přepíše pro sekundární elektrony. Rovnice (4.5) reprezentuje vlastně výtěžek zpětně-odražených elektronů⁸, celkový jejich počet v závislosti na počtu primárních elektronů závisí hlavně na chemickém složení vzorku. Obecně se tento poměr pohybuje okolo 1/3. Pro detekci BSE je důležitá pozice detektoru vůči vzorku (detekovány jsou jen ty elektrony, které po interakci s povrchem jsou odraženy přímo na něj) a přítomné brzdící pole pro separaci SE od BSE a pro zabránění nově vzniklých SE generovaných pomocí BSE zpětnému návratu na vzorek.

Na obr. 4.4 je naznačen průřez vzorkem zobrazující sekundární částice. BSE zabírají mnohem větší oblast než SE, poskytují tedy lepší materiálový kontrast. Na difrakci zpětně-odražených elektronů je založena metoda EBSD⁹ sloužící k měření krystalických materiálů [16].



Obr. 4.4: Průřez vzorku během bombardování primárním svazkem elektronů se zobrazovanou penetrační hloubkou a původem vzniku detekovatelných signálů. Převzato a upraveno z [16].

Další jevy, které mohou vzniknout při interakci primárního elektronového svazku s pevnou látkou, jsou:

- Ve velmi tenkém vzorku (desítky až stovky nm) může dojít k průchodu elektronů skrz vzorek – vznikají *transmisní elektrony* (základ TEM).
- Absorpce elektronu.
- Emise fotonu o jiné vlnové délce, než je charakteristické rentgenové záření

⁸ angl. backscattered electron yield

⁹ Electron Backscatter Diffraction

(katodoluminiscence, brzdné záření¹⁰).

- Brzdné záření vzniká při změně rychlosti elektronu.
- Porušení chemických vazeb.
- Sekundární emise rentgenového záření.
- Ionizace.
- EBIC¹¹ – využití během zkoumání polovodičů, zobrazení p-n přechodu [19].

4.4 Fokusovaný iontový svazek

K elektronovému mikroskopu je v mnoha případech přidáván další zdroj nabitých částic – fokusovaný iontový svazek, velice populární technika úpravy vzorků nejen v polovodičovém průmyslu. Takové konfiguraci FIB-SEM se říká DualBeam a umožňuje kontrolu práce při úpravě, depozici a odprašování. Úhel mezi dvěma tubusy je 55 °, pracovní vzdálenost pro SEM je 9 mm, pro FIB je 12 mm. Náklon držáku se vzorky je možný o stejný úhel, tudíž ionty mohou dopadat přibližně pod pravým úhlem. Zařízení FIB je velmi podobné zdroji iontů určených k analýze v mikroskopu TOF-SIMS5. Primární částicí je zde těžký iont s vysokou kinetickou energií. FIB zdroj generuje DC svazek o menším bodu dopadu a větším jasu.

Některé SIMS iontové zdroje jsou již popsány v kapitole 3.2.2. Mezi nejčastější zdroje iontů pro FIB patří např. Xe plazmový FIB, GFIS¹² využívající silného elektrického pole pro ionizaci plynu.

4.4.1 Interakce iontů se vzorkem

Po vytvoření primárních iontů dojde k jejich fokusaci vlivem soustavy apertur a jako primární iontový svazek dopadají na povrch. Podle velikosti proudu iontů ve svazku se základní funkce FIBu dělí na:

- Asistence při depozici např. Pt pomocí GIS ~300 pA.
- Hrubé odprašování ~(5 – 10) nA.
- Uhlazování, leštění ~1 nA.
- Zobrazování ~1 pA.

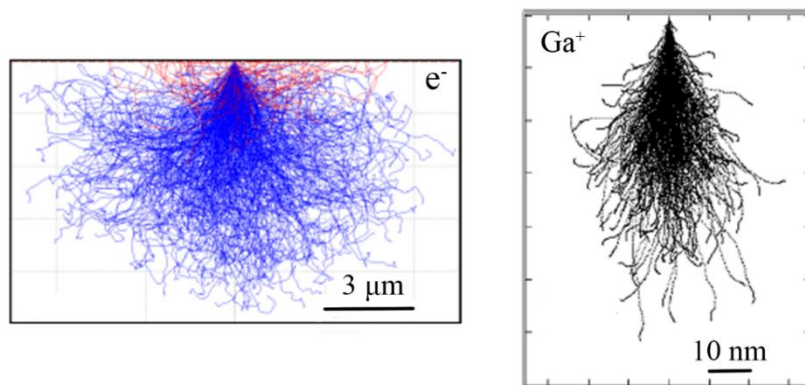
Jediné částice, které jsou po interakci primárních iontů detekovány a vytvářejí tak obraz povrchu pomocí topografického ale i materiálového kontrastu, jsou sekundární elektrony. Jedná se o podobný princip jako při interakci primárních elektronů. Jejich vznik a detekce je popsána v podkapitole 4.3.

Chování iontů v pevné látce se věnuje část 2.3.1 [15].

¹⁰ Brzdné záření vzniká při změně rychlosti elektronu (Obr. 4.3).

¹¹ z angl. Electron-Beam-Induced Current, Indukce elektrického proudu elektronovým svazkem

¹² z angl. Gas Field Ion Source



Obr. 4.5: Porovnání hloubky penetrace kolmo dopadajících elektronů (vlevo) a iontů (vpravo) s energií 30 keV do vzorku z amorfního křemíku. Červená barva představuje zpětně-odražené a modrá absorbované elektrony. Převzato a upraveno z [19]

5 POLOVODIČOVÉ MATERIÁLY

V této kapitole jsou popsány základní principy a fungování polovodičových struktur, zejména tedy činnost bipolárního tranzistoru s izolovaným hradlem, které jsou součástí zařízení pracující na principu integrovaného obvodu. Vzorek struktury obsahující tyto tranzistory jsem obdržel od firmy ON Semiconductor s pobočkou v Rožnově pod Radhoštěm a s jejich svolením jsem součástky proměřoval.

5.1 Vývoj tranzistorových součástek

Od vynálezu prvního tranzistoru v roce 1947¹ se mikroelektronika a integrovaný obvod vyvíjely obrovskou rychlostí do dnešní podoby. Podle tzv. *Moorova zákona* (Electronics magazine, 1965) se ekonomicky vyplatí vyrábět čipy do zařízení, jestliže se počet tranzistorů zhruba každých 24 měsíců zdvojnásobí. Tato predikce je spjatá se zmenšováním součástek, které určitě nějaký svůj limit mají. Na základě Landauerova principu (teplo odevzdané při smazání dat) a zmenšování součástek budou nejspíš v budoucnosti tranzistory založené na jiném fyzikálním principu (např. tunelování). V současnosti nejvýkonnější mikroprocesory mají nejmenší velikost obvodu 10 nm a čítají $1 \cdot 10^{10}$ tranzistorů [23], [24].

Bipolární tranzistory byly v minulosti nedílnou součástí spínačů výkonu. Základem je jednoduchý P-N přechod, ve kterém současně putují majoritní i minoritní nosiče náboje. Nemohou být ale zapojeny do IC², kde by byly ovládány napětím na hradle. Obecně je systém s bipolárním tranzistorem těžkopádný design obtížný na výrobu a nákladný na implementaci do spotřebitelských a průmyslových aplikací ([23, 737 s.]).

5.1.1 MOSFET

Mezi často používané tranzistory v polovodičovém průmyslu patří MOSFET³. Obsahuje tři vývody, které se využívají k zesílení vstupního signálu. Elektrony putují z emitoru⁴ do kolektoru⁵ v závislosti na elektrickém poli uvnitř součástky, které je ovlivněno napětím na hradle⁶.

Princip spočívá v dotování polovodiče a vytvoření materiálu typu P. Do tohoto substrátu jsou vnořeny dvě části typu N, ke které jsou přes kovové přívody připojeny D a S. Navzájem jsou spojeny tenkou vrstvou (kanálem) také z typu N. V místě kontaktu hradla s polovodičem se nachází tenká vrstva oxidu křemíku sloužící k izolaci elektrického kontaktu. Po přiložení napětí U_{DS} mezi kolektor a emitor (kladná elektroda je ke kolektoru) začínají protékat elektrony I_{DS} přes kanál z polovodiče typu N. Pokud je ale připojeno záporné napětí U_{GS} na hradle, dojde k vytvoření elektrického pole, které brání pohybu elektronů v tenké vrstvě mezi D a S. S rostoucím napětím U_{GS} roste ochuzená bariéra

¹ W. Shockley, J. Bardeen, W. Brattain, Nobelova cena 1956

² z angl. Integrated Circuit, integrovaný obvod

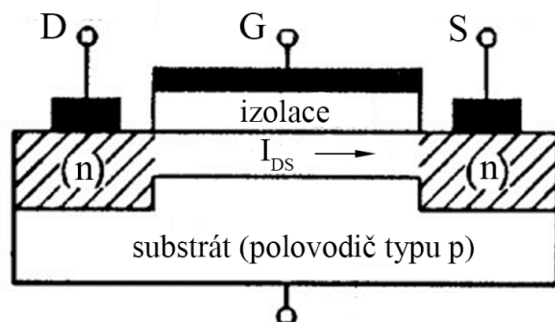
³ z angl. Metal Oxide Semiconductor Field effect transistor, polem řízený transistor se strukturou kov-oxid-polovodič

⁴ angl. source, zn. S

⁵ angl. drain, zn. D

⁶ angl. gate, zn. G

mezi substrátem (polovodič typu P) a kanálem (polovodič typu N) a roste proud I_{DS} . Využití MOSFETu v integrovaném obvodu spočívá ve dvou stavech, prochází-li elektrický proud mezi D a S nebo ne. V binární aritmetice toto může mít význam „1“ nebo „0“. Jelikož v obvodu není žádná pohyblivá součástka, pouze mění se napětí na hradle, zapínání a vypínání tranzistoru probíhá s velkou frekvencí. Nevýhodou MOSFET systému je nárůst odporu při vyšších hodnotách napětí.



Obr. 5.1: Jednoduché schéma tranzistoru řízeného polem (MOSFET). Velikost proudu I_{DS} je ovlivňován napětí mezi G a S. Ochuzená oblast mezi kanálem a substrátem není zakreslena. Převzato a upraveno z [26].

Při zapojení bipolárního tranzistoru a MOSFET struktury v jednom obvodu vznikne tzv. *Darlingtonův obvod*. Využívá se vysoké proudové hustoty a ovládání celého systému elektrickým polem. Napětím U_{GS} na hradle vznikne báze proud, který sepne a spustí bipolární tranzistor. Toto hybridní zapojení má ale řadu nedokonalostí, obě součástky musí mít stejnou schopnost blokování vysokého napětí a báze proud je poměrně velký k udržování systému ve stavu „zapnuto“ stejně tak ve stavu „vypnuto“ [25], [26].

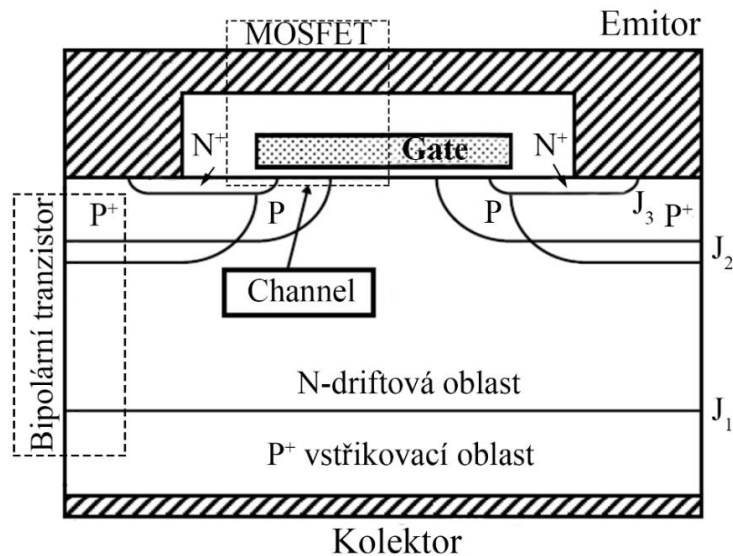
5.2 IGBT

Koncept zařízení IGBT⁷ byl vyvinut v 80. letech minulého století. Kombinuje operační schopnosti bipolárního tranzistoru (nízký úbytek napětí, vysoká proudová hustota) a zařízení MOSFET (možnost ovládání hradlem, vysoká vstupní impedance). Mnoho elementů v čipu se skládá právě z IGBT struktury, využívají se ve vývoji elektromobilů, ve vlacích, v stereo systémech s proměnným zesilovačem.

Základní strukturou IGBT je čtyř-vrstvá sekvence polovodičů N-P-N-P (P-N-P-N), které jsou řízeny napětím na hradle. Vytváří se tak základní tyristorová struktura. Přidáním pozitivního napětí na hradlo se spustí tyristor, zatímco přidáním negativního napětí se tyristor vypne z důvodu nárůstu proudu nad jeho meze. Tyristor byl původně považován za selhání kvůli ztrátám napětí na hradle. Avšak přidání P^+ vrstvy pro injekci minoritních nosičů (díry) do N-driftové oblasti má za následek pokles odporu.

Je-li IGBT na obr. 5.2 v oblasti J_1 v propustném směru (kolektor je vůči emitoru připojen na kladné svorce), dochází k průtoku proudu tímto přechodem. Přechod J_2 je ale závěrný a ochuzená bariéra se zvětšuje v místě N-driftové oblasti. Pokud je ale na hradlo přivedeno kladné napětí, v oblasti typu P se hromadí záporný náboj na hraně s izolátorem

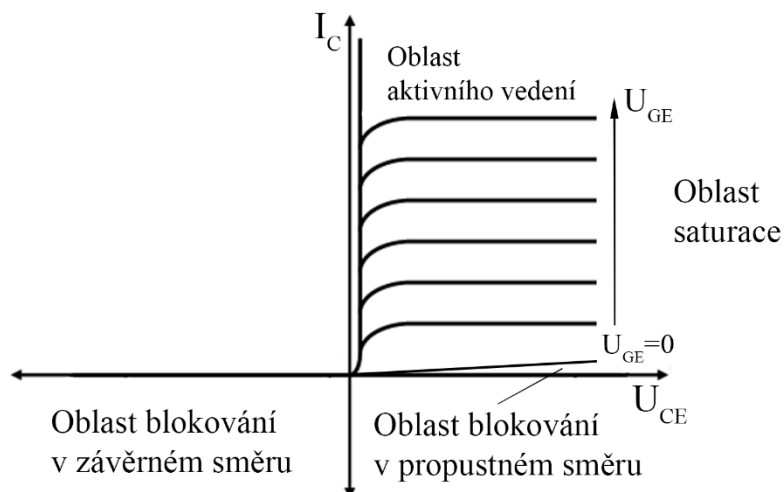
⁷ z angl. Insulated Gate Bipolar Transistor, bipolární tranzistor s izolovaným hradlem



Obr. 5.2: Průřez symetrického uspořádání IGBT. Převzato a upraveno z [23].

úměrně podle velikosti napětí na hradle. Vzniká inverzní vrstva (*Channel*), která umožní přechod elektrického proudu z *N* driftové oblasti do N^+ přes *P* oblast. Tento proud funguje na principu bázevého proudu v tranzistoru *P-N-P* zobrazeném na obr. 5.2. Takto vzniká zapojení IGBT v celkovém propustném směru s kladným kolektorem. P^+ oblast vstřikuje díry do *N*-oblasti a zároveň do této oblasti putují také elektrony z *P* oblasti. S rostoucí koncentrací nosičů náboje v *N*-driftové oblasti roste vodivost této oblasti.

Když je na kolektor připojeno záporné napětí, přechod J_1 se stává závěrným a J_2 propustným. Inverzní vrstva v *P* oblasti zaniká vlivem nulového napětí na hradle. Maximální napětí pro vytvoření závěrného směru a vypnutého stavu je dáno vertikálním tranzistorem s přechodem *P-N-P*. Kolektorový proud klesá exponenciálně [23], [27].

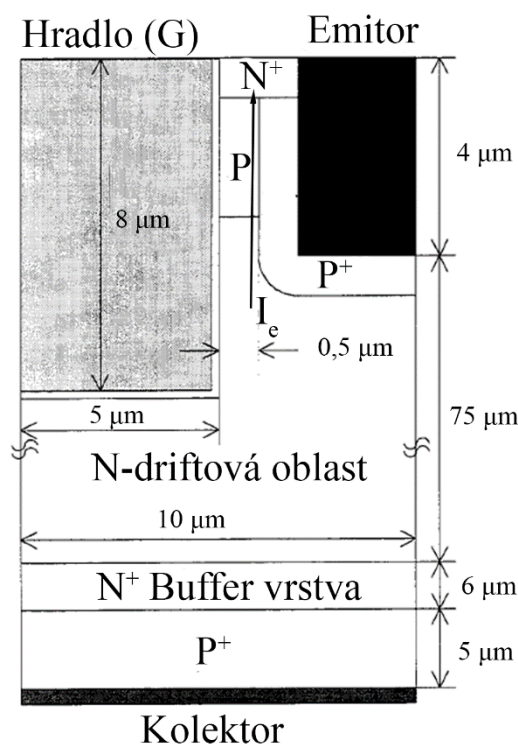


Obr. 5.3 Voltampérová charakteristika IGBT. I_C je kolektorový proud a U_{CE} je napětí mezi kolektorem a emitorem. Existence malého proudu i při nulovém napětí na hradle je z důvodu minoritních nosičů náboje. Takovému stavu se angl. říká. cut-off, kde IGBT nevede proud. Od určité hodnoty U_{CE} je IGBT v oblasti saturace napětí.

5.3 TIGBT

Na základě podoby hradla (G), jeho tvaru, velikosti apod. se dá docílit různých výstupních charakteristik i přesto, že úbytek napětí na MOS části IGBT je malý v porovnání se ztrátami na bipolárním tranzistoru (N -driftová oblast). Ačkoli při vyšších spínacích frekvencích se tento vliv ztrát poměrně vyrovná z důvodu snížení proudového zisku bipolárního tranzistoru. Jedna z možných úprav je tzv. *UMOS*, hradlo je ve tvaru písmene *U*. Taková úprava se nazývá TIGBT⁸. Základní princip fungování IGBT se změnou hradla nemění.

Změnou hradla dojde k zmenšení P oblasti ($0,5\ \mu\text{m}$) a přemostění děrového proudu. Při určité hodnotě proudové hustoty elektrony putují nejen přes inverzní kanál, ale i přímo z N^+ do N -driftové oblasti, to způsobuje rychlejší spínání tyristoru. Bylo také prokázáno, že úpravou hradla redukuje pokles napětí vlivem parazitního JFET⁹ efektu. Další výhodou je zkrácení vzdálenosti mezi jednotlivými buňkami na čipu, což má za následek vyšší proudovou hustotu celého zařízení ($U_G = 45\ \text{V}$, $\rho = 12600\ \text{A/cm}^2$) [23], [27], [28].



Obr. 5.4: Schéma struktury Trench IGBT s upraveným trench emitorem. Znázorněny jsou přibližně velikosti jednotlivých částí a s trasou elektronů I_e . Převzato a upraveno z [28].

⁸ z angl. Trench Insulated Gate Bipolar Transistor, trench – česky zákop.

⁹ z angl. Junction Gate Field Effect Transistor

6 2D A 3D ANALÝZA MATERIÁLŮ

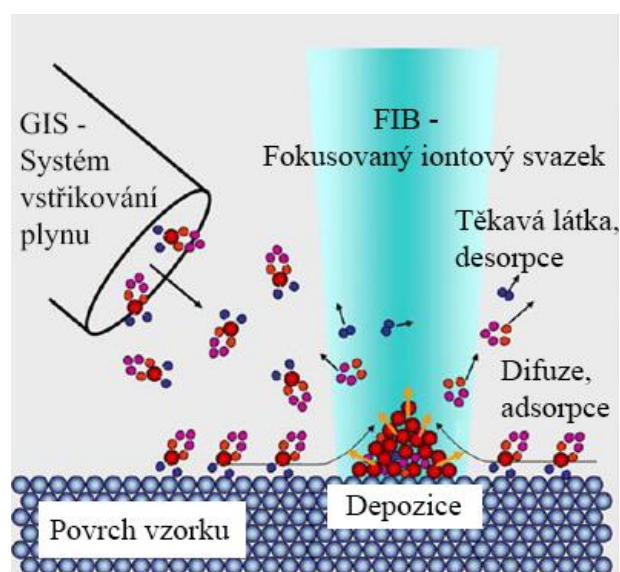
V této kapitole jsou ukázány postupy a výsledky chemické analýzy materiálů. Znalost prvkové a molekulové distribuce je nezbytná součástí pro zjištění původu vad, nečistot apod. Pomocí 2D a 3D SIMS analýzy v kombinaci s transmisí elektronovou mikroskopií lze dosáhnout komplexní informace o daném vzorku. V tomto měření byl použit detektor transmisních elektronů v rastrovacím mikroskopu. Metody jsou velice často využívány v polovodičovém průmyslu. Všechna měření byla provedena v laboratořích CEITEC Nano v ISO třídě 8 čistých prostor.

6.1 Analýza lamel TIGBT

Lamela je část materiálu, který byl vyjmut ze vzorku za účelem dalšího zkoumání. Nejčastěji je pojem spojován s velice tenkou vrstvou obdélníkového tvaru extrahovaného z průřezu vzorku podobného zákopu tvaru tzv. *U-pattern geometry* (viz obr. 6.4 vlevo) a sloužícího k analýze na transmisním elektronovém mikroskopu. Přípravu takové lamely jsem vytvářel na elektronovém mikroskopu TESCAN LYRA3 (kapitola 4). K přípravě lamely je zapotřebí kombinace FIB-SEM, GIS a nanomanipulátory. V této podkapitole je popsán krátký postup přípravy lamely vytvořené z čipu TIGBT včetně navazujícího měření detektorem prošlých elektronů. Rád bych poděkoval Ing. Evě Kolíbalové, Ph.D. za poskytnutí základního manuálu přípravy lamel.

6.1.1 GIS

Gas Injection System je systém vstřikování plynu, tzv. *prekurzoru*, v místě skenování elektronového nebo iontového svazku. Skládá se ze zásobníku prekurzoru v kapalně, pevně či plynné fázi. Před zahájením práce je prekurzor ohříván na pracovní teplotu z důvodu zabránění ulpění plynu uvnitř vstřikovací trysky.



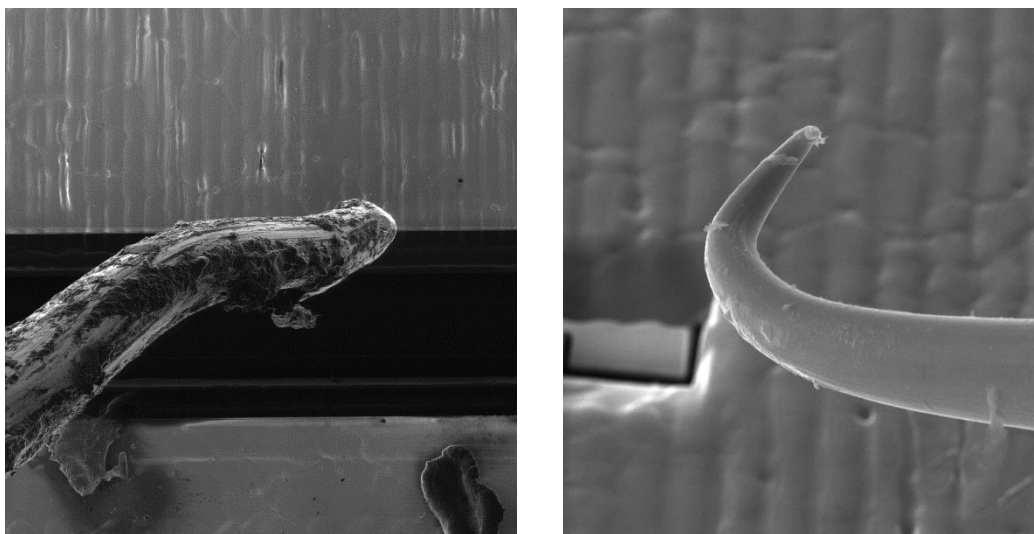
Obr. 6.1: Princip depozice materiálu pomocí fokusovaného iontového svazku. Převzato a upraveno z [19].

Reakcí s elektrony nebo ionty (FEBID a FIBID)¹ dojde k adsorpci molekul plynu na povrchu vzorku a rozložení na těkavé a netěkavé složky. Netěkavé komponenty setrvávají na povrchu vzorku, dochází k *depozici*, a těkavé desorbují z povrchu. Podobným procesem vzniká *leptání*. Zda dojde k depozici či leptání závisí na chemickém složení použitého prekurzoru. Výsledkem depozice je nárůst nového materiálu na povrchu vzorku v místě skenování svazku [19], [29].

6.1.2 Průběh přípravy lamely

K přípravě, vyzvednutí a uchycení lamely na určité místo je nedílnou součástí systém nanomanipulátorů. Nanomanipulátory jsou zařízení pro fyzickou manipulaci s objekty malých rozměrů, které jsou zkoumány elektronovým mikroskopem pod vysokým vakuem. V takovém prostředí se začínají projevovat významné účinky Van der Waalsových a elektrostatických sil oproti gravitační síle. Jsou založeny na piezoelektrickém efektu, který umožňuje precizní ovládání při úpravě nanodrátků nebo ovládání bloků vyjmutých ze vzorku. Na nanomanipulátor je upevněn wolframový hrot délky cca 50 mm a poloměru 0,5 mm. Špička hrotu má poloměr 100 nm [30].

Před vyčerpáním pracovní komory se vzorkem je třeba provést výměnu hrotu nanomanipulátoru, jestliže došlo k jeho poškození (viz obr. 6.2) Nový hrot se umístí tak, aby vznikl cca (4 – 5) mm přesah od držáku na hroty. V počítači je nutné kliknout na tlačítko „*Calibrate*“ v *Nanomanipulator Control* panelu k provedení automatické kalibrace hrotu [15].



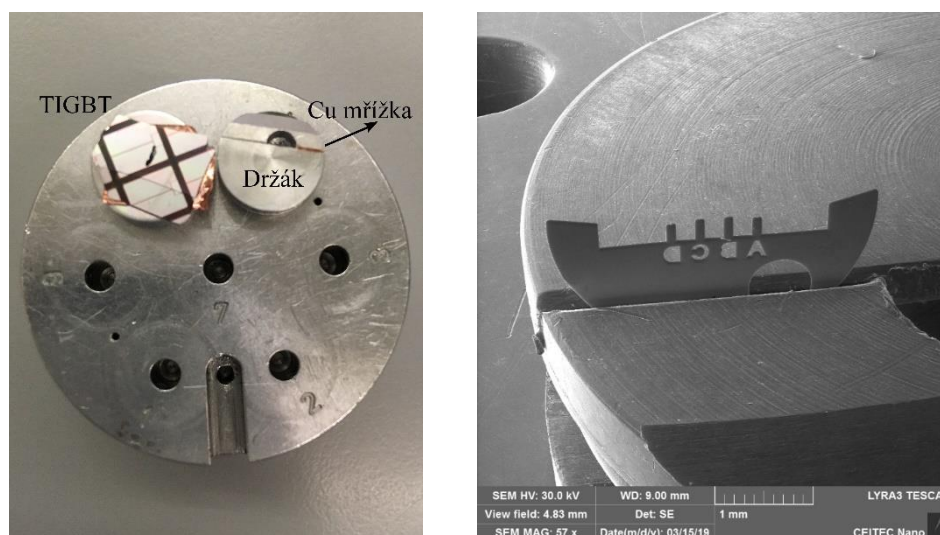
Obr. 6.2: Snímky špatných hrotů nevhodných pro vyjmutí lamely. Vlevo je zobrazen wolframový hrot s ulomenou špičkou pravděpodobně nárazem do povrchu vzorku v průběhu analýzy (FIB zobrazení). Ohnutí hrotu (vpravo) vznikne např. dotykem špičky pinzetou během nasazování do nanomanipulátoru (SEM zobrazení).

Vyzvednutá lamela je uchycena na měděnou mřížku (obr. 6.3 vpravo). Ta slouží k přenosu lamely mimo komoru elektronového mikroskopu např. do TEM na další analýzu.

¹ z angl. Focused Electron/Ion Beam Induced Deposition, Depozice indukovaná fokusovaným elektronovým/iontovým svazkem

Vzorek i stojan pro Cu mřížku jsou umístěny na držáku pro SEM vzorky (obr. 6.3 vlevo).

Po vyčerpání komory (minimální pracovní tlak se pohybuje okolo 10^{-3} Pa) je nutné provést centrování SEM a FIB primárního svazku – pracovní vzdálenost (WD), stigmátory² + A,B, kontrast/jas, manuální centrování tubusu³. Je třeba mít na paměti, že fokusovaný iontový svazek je destruktivní vůči povrchu vzorku, z toho důvodu základní nastavení iontového svazku není vhodné provádět v místě tvorby lamely.



Obr. 6.3: Vlevo: Držák pro SEM vzorky s umístěným TIGBT čipem a stojanem pro Cu mřížku. Držák se umístí na pohyblivý stolek v komoře přístroje. Vpravo: Snímek Cu mřížky zobrazený elektronovým mikroskopem ve Wide Field módu.

Základní poloha stolku je naklonění o úhel 55° tak, aby iontový svazek dopadal kolmo na povrch. Pracovní vzdálenost pro SEM a GIS je 9 mm (viz obr. 6.6 vlevo). Nejprve je vhodné provést depozici ochranné vrstvy (1×10) μm , nejčastěji se využívá Pt. Slouží k ochraně povrchu vzorků v místě vzniku lamely a během ztenčování redukuje tzv. *curtaining effect*.

Dalším krokem je odprašení dvou zákopů ve tvaru U-pattern geometry tak, aby mířily proti sobě (viz obr. 6.4 vlevo). Urychlovací napětí FIB je 30 kV a proud se zvolí > 5 nA pro hrubé odprašování. Menší proud by způsobil preciznější (ale delší) odprašování, které v této části není potřeba. Před každým odprašovacím krokem je nutné provést proceduru *FIB-SEM Intersection*, která zaručí shodu zorného pole při zobrazení elektrony a ionty. V nástroji *DrawBeam* v módu IBE⁴ se vytvoří dvakrát *stairs rectangle* s rozměrem $\sim(10 \times 15)$ μm ⁵ a hloubkou 5 μm . Obdélníky jsou namířeny proti sobě a otočeny o 180° , vzdálenost mezi nimi je ~ 3 μm . Doba odprašování se pohybuje v jednotkách minut. Následuje první fáze uhlazování a leštění. Je třeba nastavit proud na hodnotu ~ 1 nA. V *DrawBeam* se vytvoří dvakrát *polishing rectangle* o velikosti $\sim(2,5 \times 13)$ μm a hloubce 2 μm . Umístí se na hranu odprašené jámy tak, aby uprostřed vznikla 1 μm šířka

² Mění napětí na kvadrupólech, které upravují svazek k zabránění astigmatismu čoček.

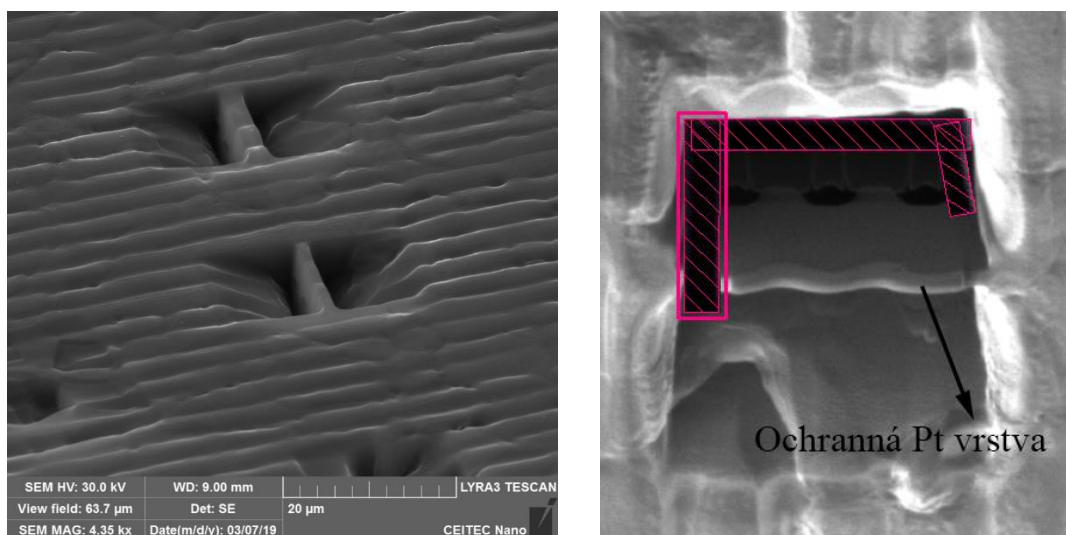
³ Wobbler periodicky mění pracovní vzdálenost tak, aby nedocházelo k pohybu svazku vlivem nepřesnosti magnetického buzení objektivové čočky.

⁴ z angl. Ion Beam Etching, leptání iontovým svazkem

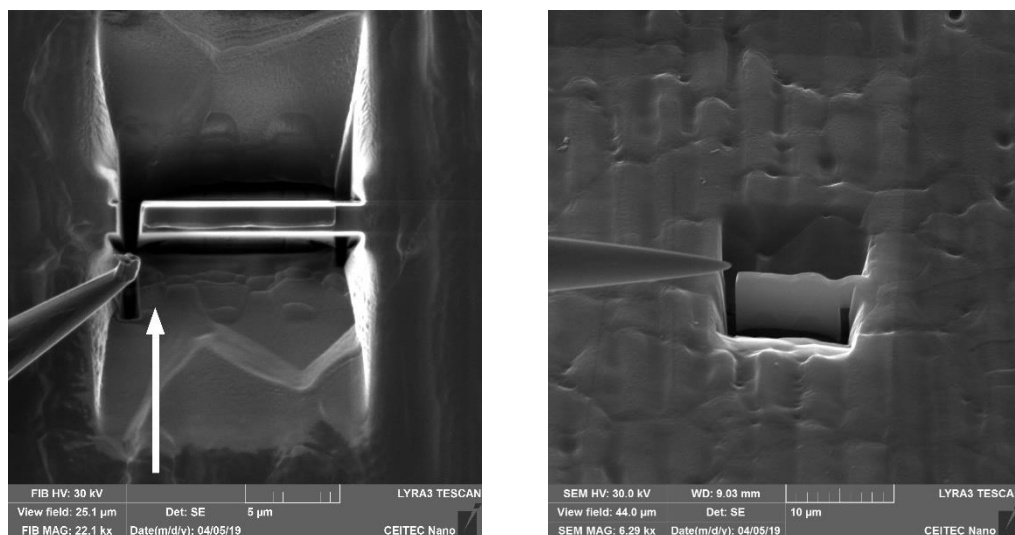
⁵ Delší rozměr souvisí s šířkou lamely, aby po stranách bylo více místa pro dotyk hrotu nanomanipulátoru.

budoucí lamely (nesahá do deponované ochranné vrstvy).

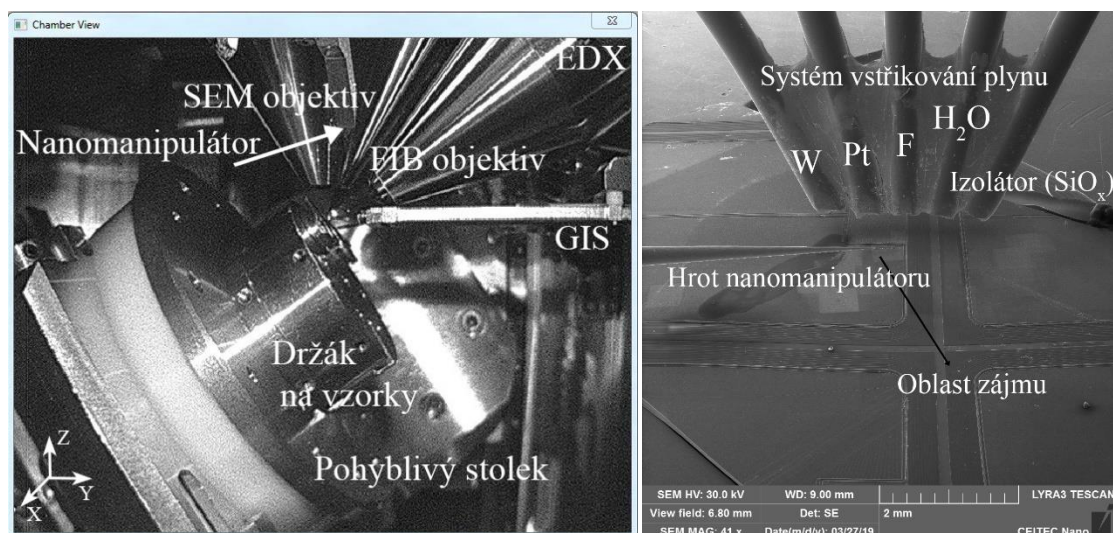
Podkopání lamely se provádí stejným nastavením FIB svazku jako předchozí krok. Náklon stolku se vzorky se změní na 7° . Využitím DrawBeamu se vytvoří v cíleném místě 3 obdélníky, které zaručí, že lamela bude přichycena pouze v horní části na jedné straně, tzv. *L-shape* (obr. 6.4). Hloubka odprašení je $\sim(2 - 3) \mu\text{m}$, použití paralelního způsobu odprašování zmenšuje odraz iontů mimo skenovací oblast. Kvůli citlivé povaze odprašování v okolí lamely je záhodno spustit *FIB observer*, který za určitý čas odstíní dopadající ionty a udělá jeden snímek elektronovým svazkem. Pozoruje se vývoj celého procesu.



Obr. 6.4: Vlevo: Snímek z elektronového mikroskopu zákopů připravených pro výrobu lamel. Horní zákop je ve fázi hrubého odprašování, dolní zákop je vyleštěn FIBem při nižší hodnotě proudu. Vpravo: FIB snímek z DrawBeamu v 7° náklonu stolku během odprašování L-shape k podkopání lamely.

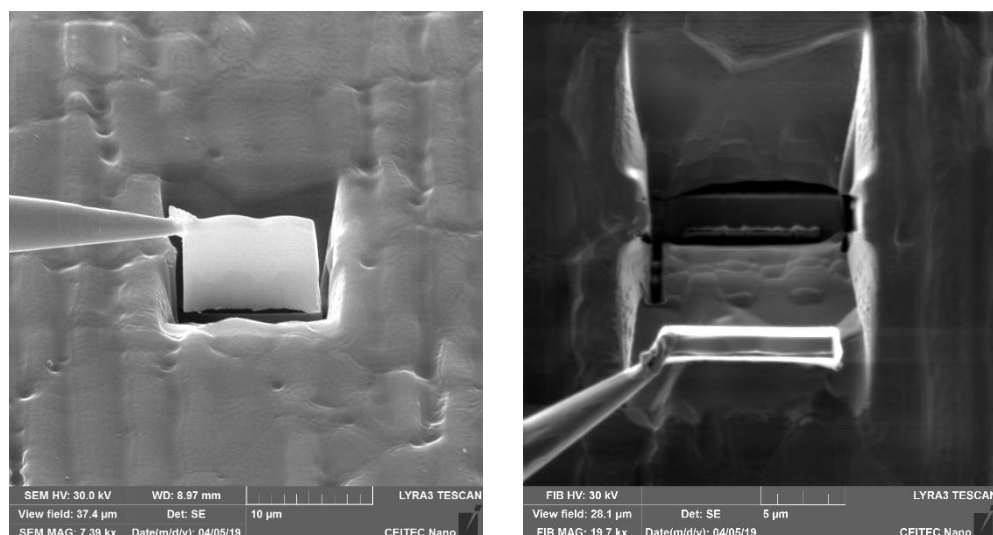


Obr. 6.5: Vlevo: Iontový snímek lamely z pohledu shora, pohyb hrotu dolů v ose z je zde reprezentován pohybem nahoru (směr šipky). Vpravo: Elektronový snímek koriguje polohu hrotu v rovině xy .



Obr. 6.6: Vlevo: Snímek komory v pozici připravené na vyzvednutí lamely. Náklon pohyblivého stolku (stage) je 55° a WD je 9 mm. GIS a nanomanipulátor je v poloze *Standby*. Pozn.: Mikroskop LYRA3 obsahuje dva nanomanipulátory. Pravý nelze použít současně s GIS, došlo by ke kolizi. Levý se nachází za SEM tubusem. Vpravo: SEM zobrazení ve Wide Field módu s naznačeným uspořádání GIS v pozici nad vzorkem.

Další část v přípravě lamely je procedura vyzvednutí. Nastavení FIB se přepne do módu depozice, zobrazování ~ 300 pA. Stolek je nakloněn pod úhlem 55° , WD je 9 mm. V ovládacím panelu pro nanomanipulátory se levý nastaví do polohy *Standby*. Jedná se o výchozí pozici, která zaručí umístění hrotu nad požadovaným místem ve výšce, ke které nedojde ke kolizi se vzorkem ($WD = 9$ mm). K přiblížení hrotu k lamelě je třeba současně sledovat posun xy v SEM zobrazovacím okně a posun v ose z ve FIB okně. Důležité je upravit rychlost posuvu podle výšky nad povrchem. V závěrečné fázi přibližování je rychlost 100 nm/s, aby došlo pouze k dotyku hrotu s lamelou ne ke kolizi.



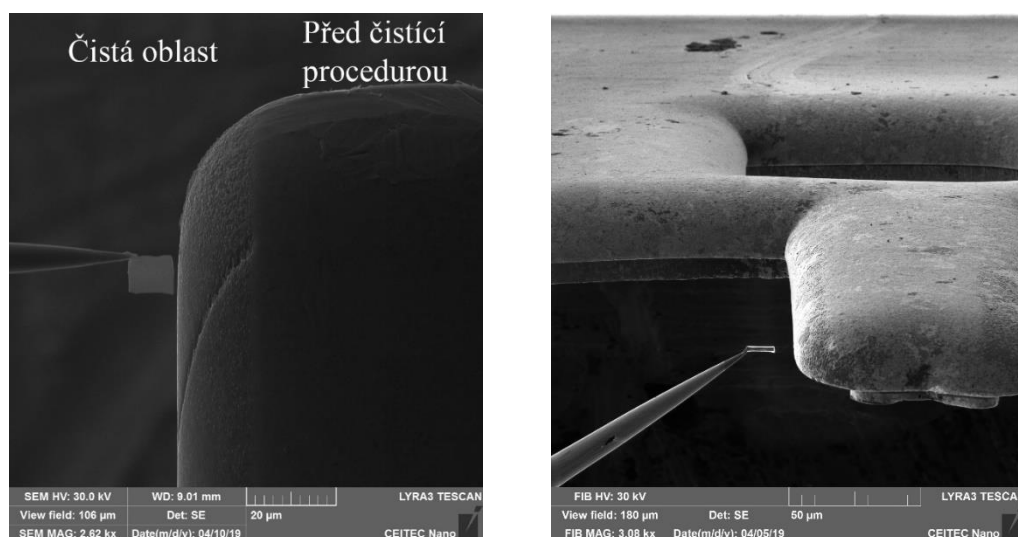
Obr. 6.7: Lamela přidělaná k hrotu nanomanipulátoru mimo vykopaný zákop v SEM (vlevo) a FIB (vpravo) zobrazovacím okně.

Nyní je třeba vložit GIS trysku. Tento pohyb může způsobit vibrace, z toho důvodu se závěrečné přiblížení hrotu nechává až po tomto kroku. DrawBeam disponuje také funkcí FIBID. Stačí v oblasti zájmu vytvořit obdélník (výška $\sim 0,5 \mu\text{m}$) jako při odprašování tak, aby se lamela přilepila na hrot nanomanipulátoru. Využil jsem opět *Pt* prekursor.

Jakmile je lamela pevně připevněna k hrotu (proces depozice může být potřeba opakovat několikrát), proud iontového svazku se nastaví na $\sim 1 \text{ nA}$ k odříznutí lamely ze vzorku. Posunem nanomanipulátoru do směru osy x a z se lamela dostane mimo vykopaný zákop. Až bude zjevné, že je hrot s lamelou mimo vzorek v dostatečné výšce, nanomanipulátor se uvede do parkovací polohy.

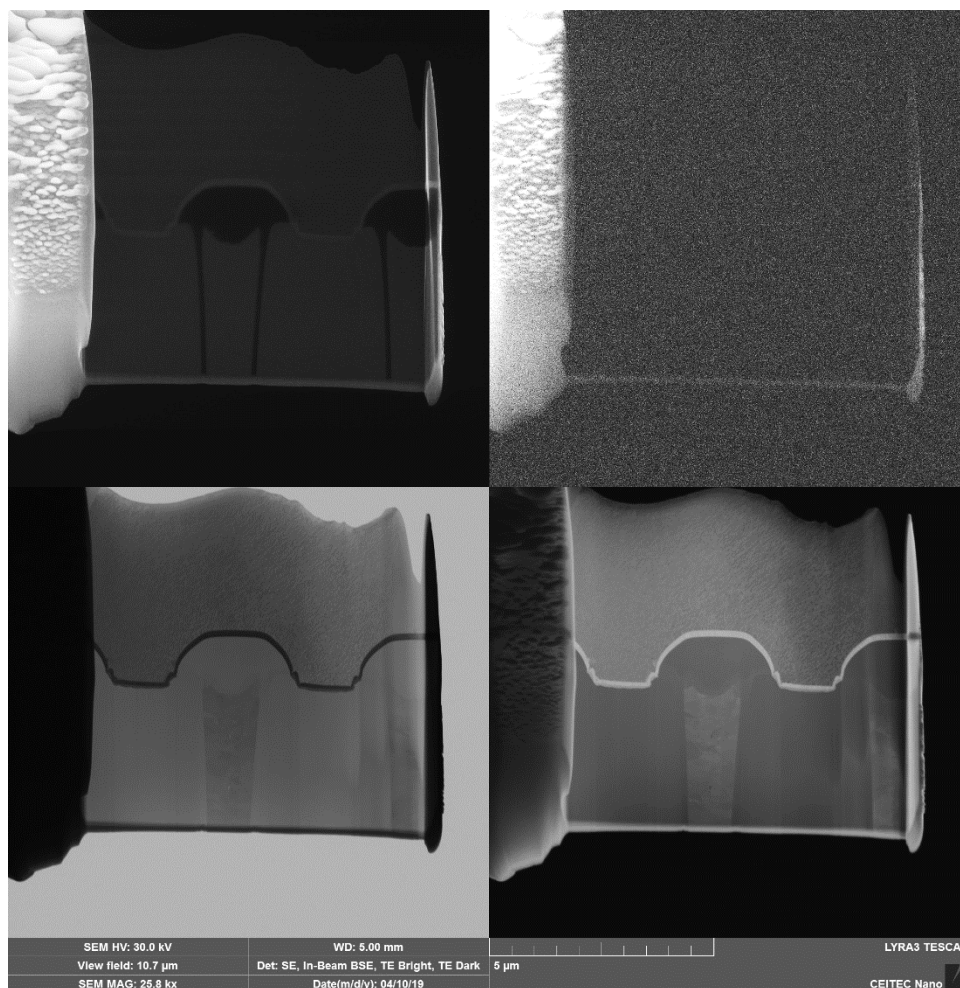
Před umístěním lamely na měděnou mřížku se doporučuje část mřížky očistit z důvodu nerovnosti a možné nečistoty na povrchu (viz obr. 6.8 vlevo). To se provádí několika sekundovým skenováním iontového svazku ($> 5 \text{ nA}$) v místě budoucího dotyku.

Elektronový svazek je zaostřen na mřížku, lamela mimo fokus. Korekcí x, y pohybu v SEM okně se lamela dostane vedle mřížky. Přiblížení lamely (osa z) je pozorováno ve FIB okně. Stejným způsobem jako byla lamela připevněna na hrot, se přichytí na okraj mřížky. Až bude spojení v obou SEM i FIB skenovacích oknech vypadat trvale, může se provést finální odříznutí lamely od hrotu.



Obr. 6.8: Elektronové (vlevo) a iontové (vpravo) snímky lamely přilepené na hrotu nanomanipulátoru přibližující se k Cu mřížce.

Podle následující analýzy a měření prováděné na lamele, je třeba ji ztenčit (aktuálně je tloušťka okolo $1 \mu\text{m}$). Například pro pozorování přes STEM detektor je dostačující tloušťka přes 100 nm . Pro transmisní mikroskop by se tloušťka měla pohybovat v desítkách nm , toho se dosahuje menším urychlovacím napětí iontů. FIB se přepne do módu pro uhlazování a leštění s proudem ($0,7 - 0,8 \text{ nA}$), urychlovací napětí 30 kV je prozatím dostačující. Prvotní ztenčení probíhá z obou stran lamely pomocí polishing rectangle v nástroji DrawBeam, náklon stolku je $56,5^\circ$ během leštění jedné strany a $53,5^\circ$ pro druhou stranu lamely. Snížením proudu svazku nejprve na hodnotu 300 pA , poté na 80 pA , a provedením stejného postupu ztenčení z obou stran se dosáhne cílové tloušťky.

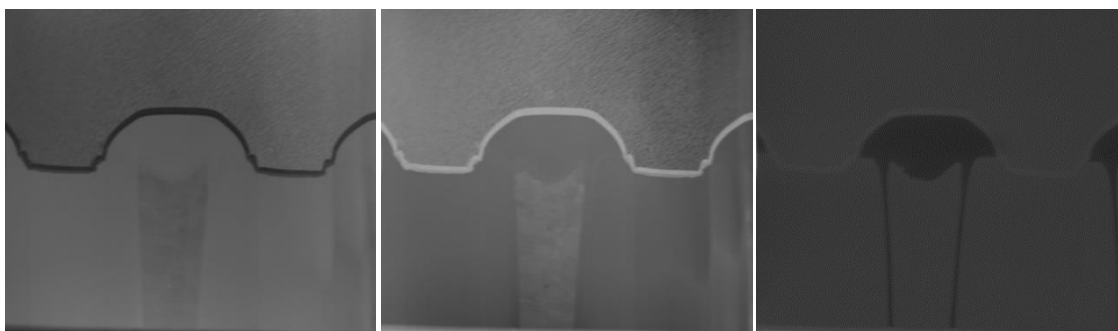


Obr. 6.9: Výsledný snímek lamely z TIGBT zobrazený detektorem SE, BSE, TE Bright, TE Dark.

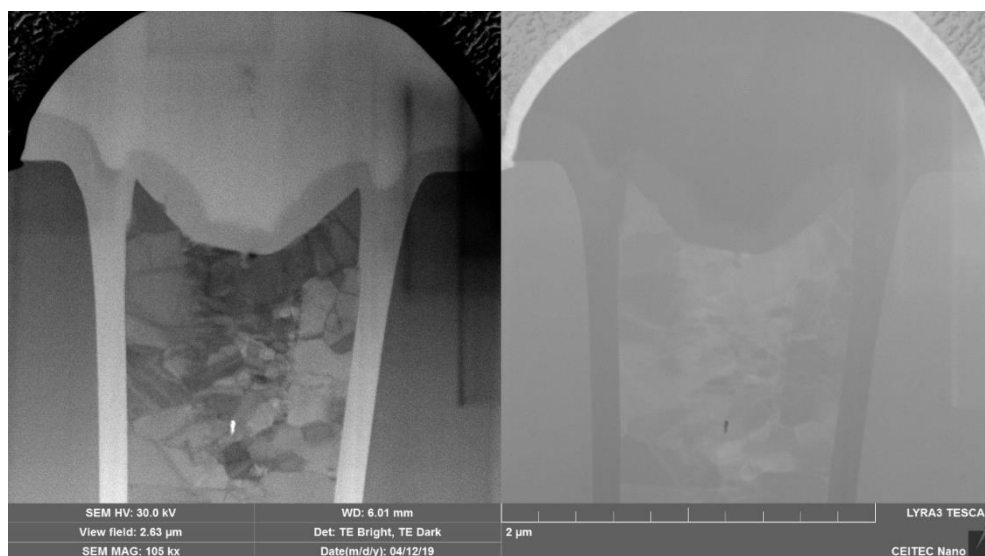
6.1.3 Měření lamely z TIGBT

Výše uvedeným postupem byla vyjmuta lamela z čipu obsahující bipolární tranzistory s izolovaným hradlem tvaru trench. Velikost této lamely je $(7,4 \times 7,2) \mu\text{m}$, podařilo se dosáhnout tloušťky $< 150 \text{ nm}$. Do elektronového mikroskopu je možné připojit detektor transmisních elektronů (STEM⁶). Technika je často doprovázena kombinací s analýzou EDX. Prošlé elektrony se odrazí pod různými úhly podle druhu a tloušťky materiálu a urychlovací energie elektronového svazku. STEM poskytuje signál *Bright field* (BF) a *Dark field* (DF). BF detektor se nachází přímo pod vzorkem, těžší prvky zobrazuje jako tmavší. DF detektory jsou dva na krajích výše uloženy než BF, lehčí prvky se zde zobrazují jako tmavší. V transmisních mikroskopech je energie elektronů $\approx 200 \text{ keV}$, proto je potřeba využít maximálního urychlovacího napětí, který SEM dovoluje ($E = 30 \text{ kV}$). Pracovní vzdálenost je doporučena kratší, až 5 mm . Zaostřením se mi podařilo dosáhnout rozlišení až 5 nm [31].

⁶ z angl. Scanning Transmission Electron Microscopy, rastrovací transmisní elektronová mikroskopie



Obr. 6.10: Snímek trench katody detektorem TE Bright, TE Dark a SE.



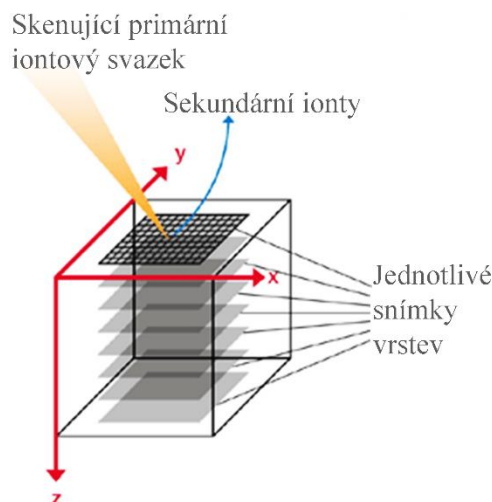
Obr. 6.11: Zvětšený snímek trench katody zobrazující polykrystalický křemík. Po jeho stranách je gate oxid SiO_2 .

6.2 Měření TIGBT pomocí SIMS

Vzorky čipu s TIGBT tranzistory, využívající se např. v elektromobilech, chytrých domácích spotřebičích, či dopravních prostředcích, nám byly zaslány z firmy ON Semiconductor. Výhodou analýzy SIMS je, že není vzorek potřeba nijak upravovat, do držáku pro vzorky *backmount* se vejdou velikosti i v řádu desítek mm. Pro měření povrchů je důležité ultra vysoké vakuum v řádech 10^{-7} Pa.

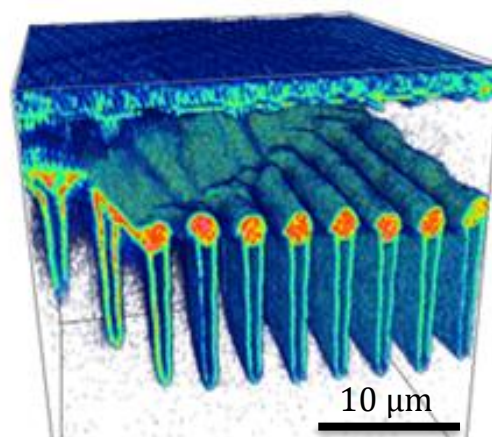
Znalosti rozmístění trenchů a jejich podoba v čipu byly nabyty v předchozím měření jejich lamel. Nabízí se možnost využití trojrozměrného měření. DualBeam mód aplikuje druhý iontový svazek k odprašení vrstvy do hloubky, kterou potom LMIG analyzuje. V závislosti na koeficientu odprašování a polaritě iontů TOF-SIMS5 poskytuje Duo (O_2^+), SI (Cs^+) nebo nově zakoupený a nainstalovaný GCIB (Ar^+ , O_2^+). Základní informace o emisi iontů z těchto zdrojů a jejich primární účel je sepsán v odstavci 3.2.2 a v tab. 3.1. Celková hloubka je dána časem odprašování, tj. součtem tloušťky jednotlivých vrstev. Ty se mohou značně lišit vzhledem k homogenosti vzorku. Tloušťka jednoho řezu (jedna odprašená

vrstva, až 5 nm) určuje velikost voxelu⁷ výsledného obrazu. Spojením jednotlivých 2D snímků vzniká trojrozměrný profil vzorku.



Obr. 6.12: Princip dynamického SIMS s výstupem trojrozměrného hloubkového profilu. Převzato a upraveno z [11].

Trojrozměrný profil je detekce určité atomové hmotnosti prvku v průběhu měření. Jedná se o zobrazení intenzity, resp. její změny, na čase odprašování. S rostoucí hloubkou kráteru roste ztráta signálu a prostorové informace v laterálním směru. Vrchol trenchů se nachází ~3,6 μm pod povrchem, gate oxid ještě o 1 μm hlouběji. Pro odměření celých trenchů se musí jít ještě hlouběji. Vznikají efekty jako je implantace iontů, míšení povrchu a pokud kráter není dokonale plochý na dně dochází ke sběru a analýze iontů z různých vrstev. Trojrozměrný snímek se tedy potýkal s nepřesnostmi (viz obr. 6.13). Závěrem ani klasický dynamický SIMS by nebyl nejefektivnější metodou k analýze čipu TIGBT. S instalací FIB zdroje do mikroskopu TOF-SIMS5 se otevírají nové možnosti hloubkové analýzy struktur, mezi které patří *tomografie*.



Obr. 6.13: 3D zobrazení signálu kyslíku z trenchů metodou DualBeam. Všechny trenchy by měly být v jedné rovině, nepřesnosti vlevo jsou způsobeny nerovným povrchem a různou odprašovací rychlostí povrchových vrstev.

⁷ analogie trojrozměrného pixelu

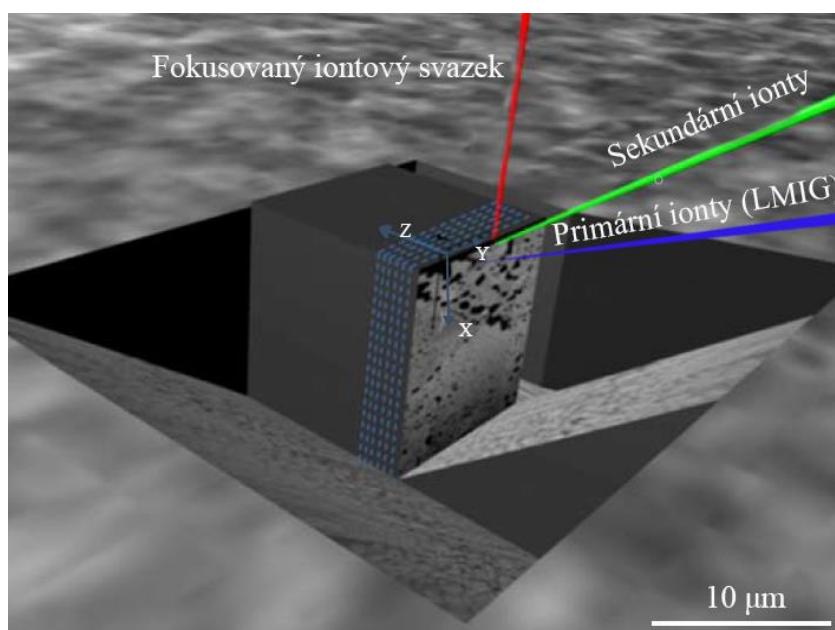
6.3 Tomografie metodou SIMS

Tomografie je technika trojrozměrné analýzy zobrazování v řezech. Nejčastěji je pojem spojován s X-ray CT⁸, která pomocí rentgenového záření provádí neinvazivní analýzu vnitřních vrstev materiálu. Samozřejmě v SIMS metodě něco jako nedestruktivní trojrozměrná analýza není možná. Princip je ale velice podobný, jedná se o příčné skenování skrz vzorek využitím fokusovaného iontového svazku. Na povrchu se vytvoří jeden zákop ve tvaru U-pattern geometry (viz obr. 6.4 vlevo), stěna kolmá na povrch reprezentuje průřez vzorkem. Na tuto stěnu se namíří iontový svazek určený k analýze a odprášení sekundárních iontů (LMIG *Bi* ionty). TOF-SIMS5 umožňuje zobrazit tuto plochu LMIG svazkem bez náklonu stolku se vzorky díky vzájemnému uspořádání iontových zdrojů (viz obr. 3.2).

Po analýze FIB odpráší tenkou vrstvu detekované plochy. Na stejném principu pracují i tomografické techniky FIB-SEM, kde se detekuje charakteristické rentgenové záření detektorem EDX [20].

6.3.1 2D měření průřezu TIGBT vzorkem

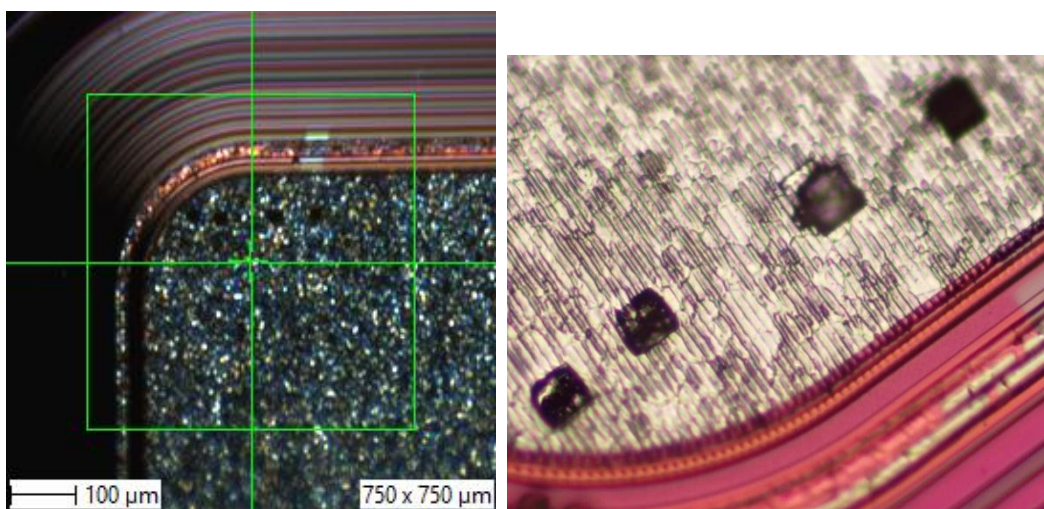
Před samotným měření je třeba vykopat zákop, krychli, ve které bude možné trench analyzovat primárními ionty. Nejlépe by krychle měla být chráněna před sériových řezem a curtaining efektem vrstvou ochranné platiny o tloušťce $\sim 1\text{ }\mu\text{m}$. Depozice o takových rozměrech, aby pokryla povrch celé horní strany krychle, by trvala i pár hodin, proto jsme tento krok vynechali. Zaměřili jsme se především na oblast pod *Al* vrstvou.



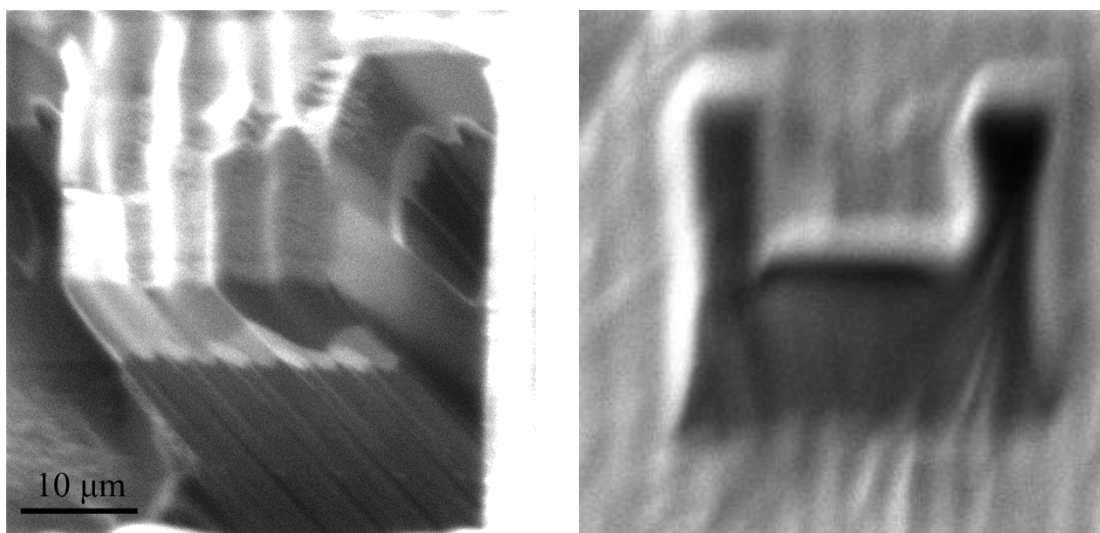
Obr. 6.14: U-pattern geometry pro tomografii pomocí SIMS. Odprašování plochy xy FIB svazkem bude probíhat ve směru osy z. Zelená barva představuje sekundární ionty generované dopadajícím primárním svazkem. Převzato a upraveno z [33].

⁸ z angl. Computed Tomography, výpočetní tomografie

Po vytvoření dostatečně vysokého vakua bylo urychlovací napětí na FIB zdroji nastaveno na 30 kV, emisní proud se konstantně udržuje na hodnotě 2 μA , proud ve svazku byl zvolen 20 nA s šířkou svazku až 500 nm. TOF-SIMS5 obsahuje ve svém řídicím programu podobné rozhraní pro vytváření struktur jako je DrawBeam v LYRA3. Zákop byl odprášén tak, aby kolmá strana obsahovala trench zákopy v její rovině. Skenování bylo nastaveno pod úhlem 45°, oblast $(15 \times 15) \mu\text{m}$, hloubka až 10 μm . Nad odprášeným zákopem byly vytvořeny ještě 2 obdélníky stejné hloubky z každé strany budoucí krychle z důvodu omezení redepozice primárních galiových iontů při odprašování jednotlivých řezů a sekundárních iontů během analýzy na stěny (viz obr. 6.16 vpravo). Z důvodu většího počtu měření (změna výchozích parametrů primárního svazku, doba odprašování...) bylo těchto kráterů vytvořeno víc.



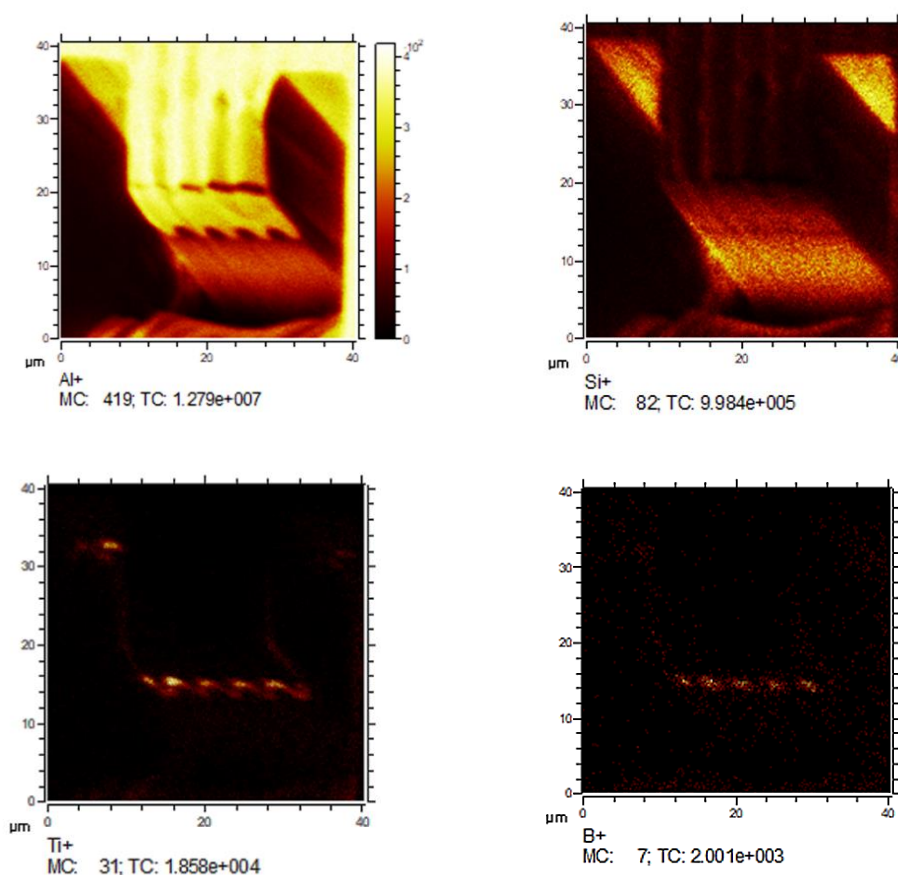
Obr. 6.15: Čtyři odprášené krátery připravené k chemické analýze. Vlevo snímek pomocí mikro kamery v komoře mikroskopu a vpravo pomocí optického mikroskopu.



Obr. 6.16: Krychle z čipu TIGBT připravená k chemické analýze. LMIG (vlevo) a FIB (vpravo) snímek zobrazený detekovanými SE. Stěny v LMIG obraze se zdají být nakloněny. To je způsobeno částečně pozicí obou zdrojů vůči sobě a tím, že řez byl proveden pod úhlem 45° z důvodu lepšího výtěžku sekundárních iontů než pro řezání pod úhlem 90°.

Celá chemická analýza vzniklého povrchu stěny xy (obr. 6.14) byla provedena pomocí LMIG svazku. Jako základní nastavení byl využit spektroskopický mód, který je jeden ze dvou přednastavených možností mikroskopu. Jsou urychlovány Bi_1^+ ionty napětím 30 kV. Šířka jednoho vyslaného pulsu je 150 ns. Volba polarity sekundárních iontů byla zvolena jako pozitivní s ohledem na výtěžek iontů. *Cycle time*⁹ určuje hmotnostní rozsah. S ohledem na předpokládané chemické složení TIGBT byl nastaven na 30 μs , čemuž odpovídá hmotnostní rozsah (1 – 81) u. Přístroj tedy nebude zaznamenávat sekundární ionty s větším poměrem m/q než je 81.

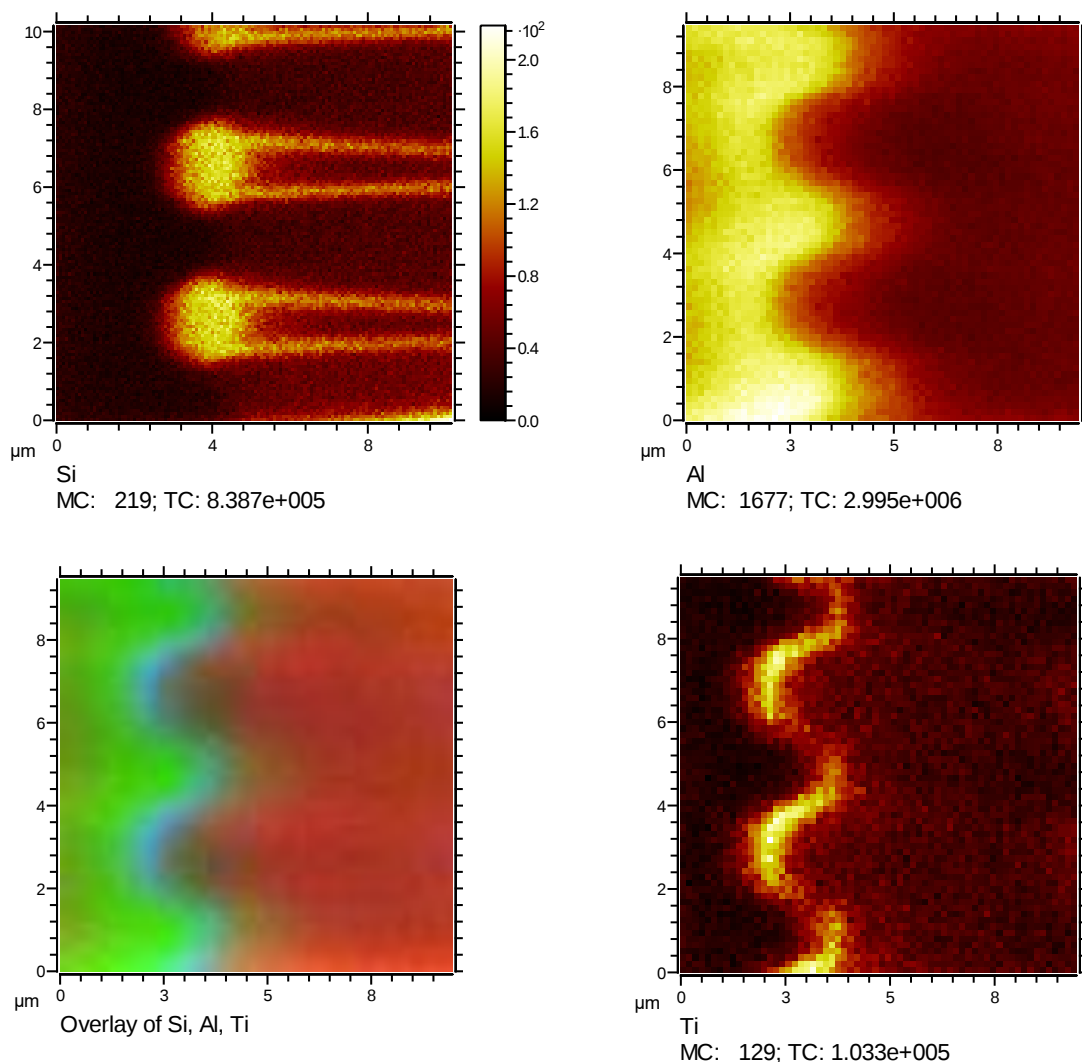
Spuštěním analýzy a detekce SI se začíná rýsovat hmotnostní spektrum neboli graf závislosti intenzity na poměru m/q . Nejintenzivnější pík byl po kalibraci spektra určen jako hliník Al^+ . Mezi dalšími prvky byly Ti^+ , Si^+ , Si^{++} , Ga^+ , B^+ . Detekce galia byla způsobena implantací primárních iontů z FIB řezání. Výstupem jsou prostorové snímky. Jejich rozlišení bylo nastaveno na 512×512 px. Měření trvalo 1081 s.



Obr. 6.17: Krychle TIGBT měřená Bi ionty s detekcí sekundárních iontů. Barevné oddělení je podle intenzity SI. TC je zkratka pro Total Count, celkový čítač daného prvku.

Hliníková metalizační vrstva ($m/q = 26,9789$) se nachází na povrchu čipu, pod ní je vrstva titanu, další vrstva boru, přesněji borosilikátové sklo. Trenche jsou převážně složeny ze sloučeniny křemíku (SiO_2). Implantované Ga bylo detekováno převážně ve stejných oblastech jako křemík.

⁹ Čas mezi dvěma následujícími pulsy primárního svazku.



Obr. 6.18: Pro přesnější výsledky bylo provedeno další měření laterálních obrázků několika trenchů při fokusaci LMIG a zmenšení ROI (oblast zájmu) na velikost $(9,46 \times 9,46) \mu\text{m}$. Překrytí signálů z *Si*, *Al* a *Ti* bylo provedeno přímo v ovládacím softwaru mikroskopu.

6.3.2 3D tomografické měření

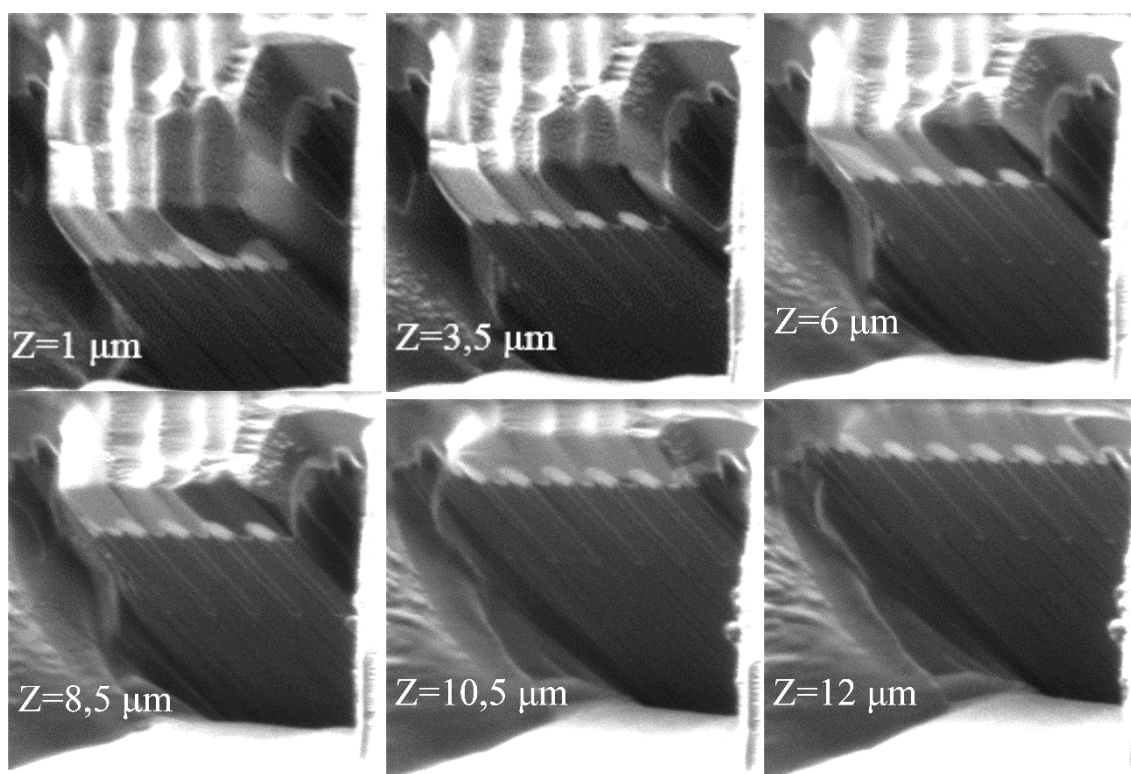
Trenche v TIGBT struktuře jsou trojrozměrné objekty, které vedou skoro přes celý čip. Aby je bylo možné pozorovat ve 3D bez prostorového zkreslení, je nutné provést tomografickou analýzu. Základ FIB-SIMS analýzy existuje již několik desetiletí, ale až na přelomu tisíciletí iontové zdroje dosáhly mnohem lepšího prostorového rozlišení. V současnosti jsou tato vylepšení využívána v detekci nanočástic v polovodičových strukturách součástí IC.

Snímek po snímku LMIG skenuje průřez vzorkem (obr. 6.16 vlevo), ve kterém jsou trenche pozorovatelné a FIB pokaždé jednu vrstvu odpraší. Jelikož dochází k odprašování v relativně hluboké oblasti, zapojení dalšího iontového zdroje se zdá být prospěšné. Ke zvýšení výtěžku sekundárních iontů lze zapojit jeden ze zdrojů k tomuto určených (cesium nebo kyslík, viz kapitola 2.3.3). Fokusací iontů je možné dosáhnout tloušťky řezu (velikost voxelu) ve stovkách až desítkách nm. S takovým rozlišením se ale čas analýzy

mnohonásobně prodlužuje (až 24 h). Po skončení celé analýzy dojde k trojdimenzionální rekonstrukci dvourozměrných snímků. Taková funkce je možná například v programech Fiji ImageJ, Avizo nebo VG Studio MAX.

Další tomografickou metodou pro FIB-SIMS kombinace je tzv. *shave-off*. K ní je potřeba pouze jeden iontový zdroj, který povrch vzorku analyzuje. Vytvoří se jeden laterální snímek a poté se celý stolek se vzorky natočí o 90° tak, aby primární ionty dopadaly rovnoběžně s povrchem. Odpráší se jedna vrstva a proces se opakuje. Tato metoda je ale velmi časově náročná z důvodu naklánění a přemísťování stolku a také nepřesná kvůli odprašování v rovině, nebyla proto testována [20].

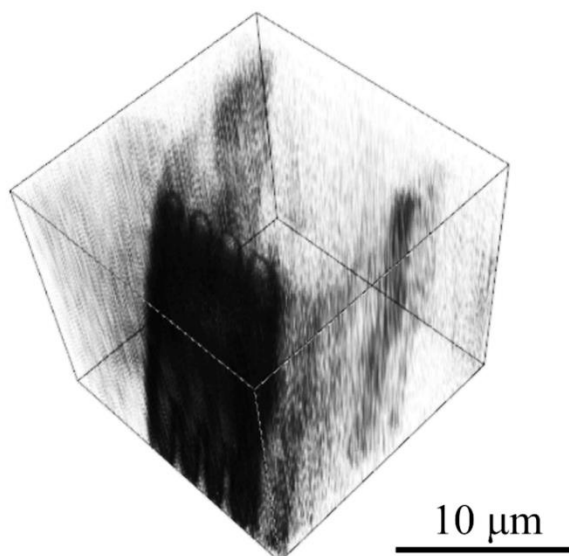
Pro odzkoušení celého postupu byly snímky změřeny a detekovány nejprve sekundárními elektrony, abychom získali lepší přehled a *know-how*. V ovládacím programu jsme bohužel neobjevili automatické skenování a ukládání SE snímků LMIG svazkem v tomografickém módu s FIB. Pokusili jsme se tedy o ruční ukládání a postupné odřezávání. V DrawBeamu se nakreslil obdélník šířky 15 μm , aby pokryl celou plochu krychle. Tloušťka obdélníku představovala $\frac{1}{2}$ velikosti jednoho řezu, který FIB provede. Začalo se s 1 μm krokem. Předpokládáme tedy, že jeden řez měl tloušťku 500 nm. ROI byl stejný jako na obr. 6.16 vlevo. LMIG byl ve stejném počátečním módu jako v předchozí analýze, zapnuty dlouhé pulsy pro lepší detekci SE.



Obr. 6.19: Snímky reprezentující princip tomografie vytvořené SE dopadem *Bi* iontů. Hodnota *z* představuje hloubku řezu.

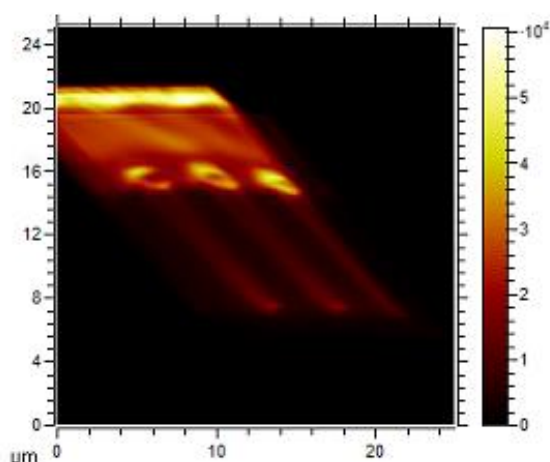
Každý uložený obrázek odpovídá laterální informaci z určité hloubky. Všechna získaná data byla převedena do programu Fiji ImageJ (obr. 6.20). Tento software je zdarma

volně dostupný a umožňuje komplexní práci se surovými daty. Pracováním s několika parametry jako je počet bitů na snímek, tloušťka snímků, threshold¹⁰ oblasti lze docílit trojrozměrného modelu zvolených částí. Mezi jeho základní 3D zobrazovací nástroje patří *3D Objects Counter*, *Volume Viewer* a *3D Viewer*.



Obr. 6.20: Data z programu ImageJ. Spojené snímky trenchů do trojrozměrného modelu pomocí nástroje 3D Viewer. Rekonstrukce není dokonalá, jelikož byl použit celý obraz SE. V následujících experimentech byla provedena analýza pouze na rovné ploše.

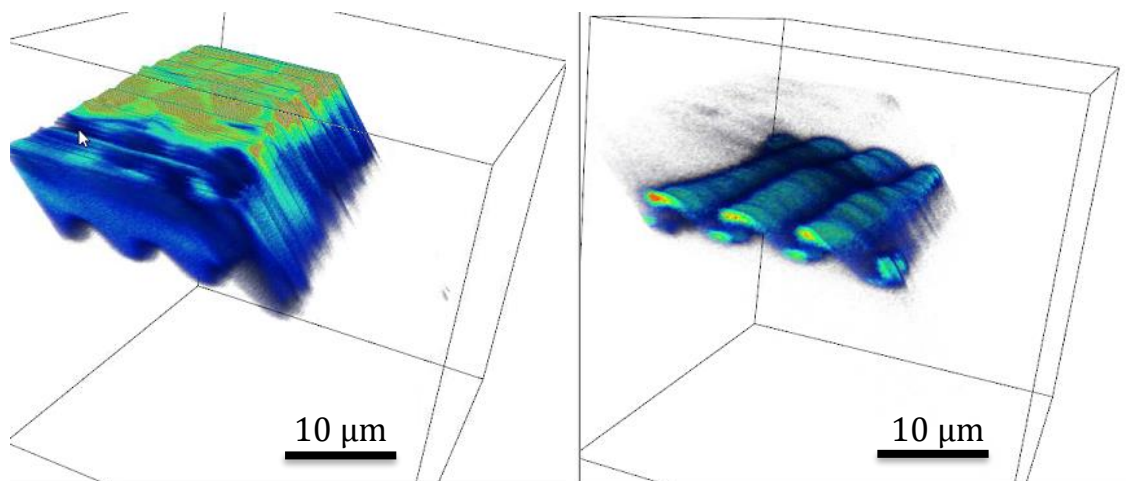
K vytvoření trojrozměrných modelů z jednotlivých laterálních snímků detekovaných sekundárními ionty bylo třeba vybrat takovou oblast zájmu, aby signál mimo řez nekomplikoval tvorbu 3D obrazu. Aby byl signál pocházející z trench oblasti dostatečně velký, bylo třeba zvýšit výtěžek iontů. Jedna z možností je dopování atmosféry v komoře kyslíkem, tím se sice zvýší tlak v komoře až o tři řády, ale výrazně se zvýší koeficient ionizace. Další možností by bylo bombardování primárními kyslíkovými ionty jako při dynamickém SIMS, ale to software zatím neumožňuje.



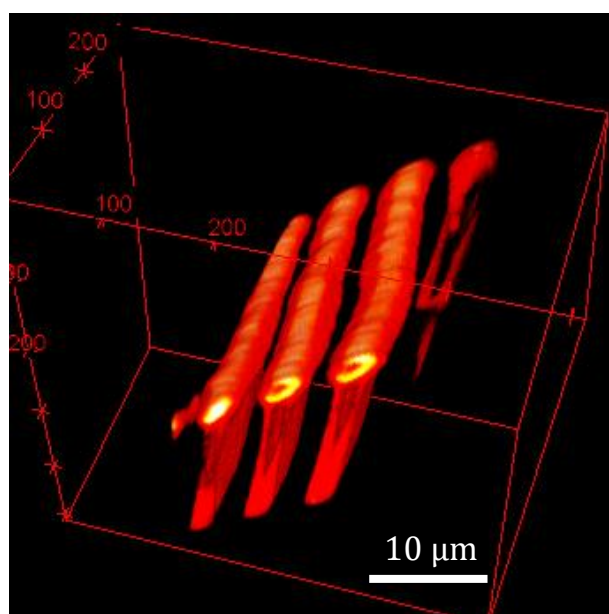
Obr. 6.21: Celkový signál sekundárních iontů z přibližné oblasti připravené k tomografickému měření.

¹⁰ Technika, která rozděluje snímek na dvě třídy pixelů, kterým přiřadí určitou hodnotu.

Tomografické měření probíhalo pomocí Bi_1^+ urychlených na 30 keV, pozitivní polarita a hmotnostní rozsah nastaven na (1 – 57) u. Oblast zájmu měla rozměry shodné s obr. 6.21, $(25 \times 25) \mu\text{m}$. Chemická analýza jednoho řezu pro vytvoření laterálního snímku byla dlouhá ~ 9 min, jelikož pro Bi svazek skenoval jeden řez 15 krát. Jejich rozlišení bylo nastaveno na 512×512 px. Tomografických řezů FIB svazkem bylo provedeno 97. Nejlepší dosažená rozlišovací schopnost přístroje byla stanovena na hodnotu ≈ 200 nm a to z profilu trenchů. Celkový čas analýzy se vyšplhal na $\sim 7,5$ h.



Obr. 6.22: 3D modely reprezentující signál hliníku (vlevo) a titanu (vpravo) sestavené v programu firmy IonTOF pro analýzu a zpracování dat.



Obr. 6.23: 3D model trenchů reprezentující signál křemíku sestavený v programu Fiji ImageJ.

7 ZÁVĚR

Hlavním cílem bakalářské práce byla studie polovodičových struktur metodou SIMS. K jeho splnění muselo dojít k osvojení si znalostí a zkušeností mikroskopu TOF-SIMS5 a LYRA3.

Úvodní (teoretická) část této práce se zabývá principy a fungováním hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů a rastrovacího elektronového mikroskopu. Dále je popsána hlavní polovodičová struktura, která byla zkoumána, a to čip z tranzistorů TIGBT. Ty byly dodány z firmy ON Semiconductor.

Nejdůležitějším úkolem bylo uskutečnění tomografického měření a optimalizování těchto metod tak, aby bylo možné vykonat podobný postup na jiných vzorcích. Základem je kombinace iontového zdroje FIB a primárního svazku určených pro chemickou analýzu v SIMS. Ještě před nainstalováním nového zdroje FIB do mikroskopu TOF-SIMS5, bylo nutné jakékoli tomografické úpravy se vzorkem provádět např. pomocí kombinace FIB-SEM. Díky této skutečnosti a faktu, že znalost vnitřního uspořádání v čipu TIGBT nebyla úplná, byla vytvořena lamela z průřezu tohoto čipu. Ta poskytla cenné informace o rozměrech a nastínila možné chemické složení trenchů. Pomocí detektoru prošlých elektronů bylo možné pozorovat krystaly křemíku, které jsou hlavním komponentem celého tranzistoru.

Tomografie je užitečná technika využívající se k trojrozměrnému pozorování vzorků nejčastěji pomocí X-Ray záření. V mikroskopu SIMS se nám podařilo podobné měření napodobit. Odprášením zákopu vzniká nová plocha reprezentující průřez vzorkem, kterou je možné analyzovat statickým módem SIMS. Bylo změřeno chemické složení trenchů v čipu TIGBT, pod povrchovou krycí částí z hliníku se nachází poměrně významná vrstva titanu. FIB svazkem lze odprášit tenký řez tak, aby vznikla nová plocha připravená pro další chemickou analýzu a vytvoření laterálního snímku. Spojením sady dvojrozměrných snímků lze sestavit trojrozměrný obraz analyzované struktury. Velikost voxelu je závislá na tloušťce řezu a rozlišení FIBu. Došlo ke spojení a zpracování jednotlivých obrázků v příslušných programech, výsledkem byly trojrozměrné modely vývoje určitého prvku v měřeném vzorku.

Dalším krokem bude zlepšení celkového rozlišení laterálních snímků, vzniklých řezů a výtěžku iontů v tomografickém měření SIMS. Nabyté znalosti z tvorby lamel by mohly být aplikovány na analýzu pomocí transmisního elektronového mikroskopu a pokusit se tyto dvě metody zkombinovat.

LITERATURA

- [1] VAN DER HEIDE, Paul. *Secondary Ion Mass Spectrometry: An Introduction to Principles and Practices*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2014, 365 s. ISBN 978-1-118-48048-9.
- [2] EAG INC. *SIMS Tutorial: Instrumentation - EAG Laboratories* [online]. 2018 [vid. 2019-03-19]. Dostupné z: <https://www.eag.com/resources/tutorials/sims-tutorial-instrumentation/>
- [3] EAG INC. *SIMS Tutorial: Theory - EAG Laboratories* [online]. 2018 [vid. 2019-03-19]. Dostupné z: <https://www.eag.com/resources/tutorials/sims-tutorial-theory/>
- [4] IONTOF. *TOF-SIMS5 Help* [online]. 2019. Dostupné z: www.iontof.com
- [5] IONTOF. *Superior Performance of all SIMS Applications* [online]. 2019 [vid. 2019-03-19]. Dostupné z: <https://www.iontof.com/tof-sims-5-product-version-100mm-200mm-300mm.html>
- [6] OTEVŘEL, M. *Secondary Ion Mass Spectroscopy ION-TOF TOF.SIMS5 – Research Infrastructure* [online]. [vid. 2019-03-19]. Dostupné z: <http://nano.ceitec.cz/secondary-ion-mass-spectroscopy-ion-tof-tof-sims5/>
- [7] WALLS, J. M. *Methods of surface analysis*. New York: Cambridge University Press, 342 s., 1989. ISBN 0-521-38690-X.
- [8] IONTOF. *TOF-SIMS5 | Vacuum System* [online]. [vid. 2019-04-12]. Dostupné z: <https://www.iontof.com/vacuum-system-tof-sims-5.html>
- [9] IONTOF. *TOF-SIMS5 | FIB on GCS* [online]. [vid. 2019-04-13]. Dostupné z: <https://www.iontof.com/fib-applications-surface-analysis.html>
- [10] COTTER, Robert J. *Time-of-flight mass spectrometry: instrumentation and applications in biological research*. Washington, DC: American Chemical Society, ACS professional reference book, 1997. ISBN 0-8412-3474-4.
- [11] IONTOF. *TOF-SIMS (Time of Flight Secondary Ion Mass Spectrometry) technique for surface analysis* [online]. [vid. 2019-04-16]. Dostupné z: <https://www.iontof.com/tof-sims-secondary-ion-mass-spectrometry.html>
- [12] ZINNER, E. Depth profiling by secondary ion mass spectrometry. *Scanning* [online]. 1980, 3(2), 57–78s. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/sca.4950030202>
- [13] ŠAMOŘIL, Tomáš. *Focused Ion Beam/Scanning Electron Microscope TESCAN LYRA3* [online]. [vid. 2019-04-14]. Dostupné z: <http://nano.ceitec.cz/focused-ion-beam-scanning-electron-microscope-tescan-lyra3/>
- [14] TESCAN | LYRA3 [online]. [vid. 2019-03-19]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/fib-sem/lyra3>
- [15] TESCAN A.S. *Focused Ion Beam Equipped Scanning Electron Microscope Instructions For Use*. 2011.
- [16] REIMER, Ludwig. *Scanning electron microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*. Second edi. Berlin: Springer, 529 s., 1998. ISBN 978-3-642-08372-3.

- [17] TESCAN | *Beam blanker* [online]. [vid. 2019-04-16]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/accessories/beam-blanker>
- [18] OLDFIELD, L C. A rotationally symmetric electron beam chopper for picosecond pulses. *Journal of Physics E: Scientific Instruments* [online]. 1976, **9**(6), 455–463 [cit. 2019-04-16]. ISSN 0022-3735. Dostupné z: <http://stacks.iop.org/0022-3735/9/i=6/a=011?key=crossref.5631f69b8c9384c2f5158c80f2b3daa0>
- [19] ŠAMOŘIL, Tomáš. *APLIKACE FOKUSOVANÉHO IONTOVÉHO A ELEKTRONOVÉHO SVAZKU V NANOTECHNOLOGIÍCH*. Brno, 2015. 126 s. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
- [20] UTKE, Ivo, Stanislav MOSHKALEV a Phillip RUSSEL, ed. *Nanofabrication Using Focused Ion and Electron Beams*. New York: Oxford university press, 50-67 s., 2012. ISBN 978-0-19-973421-4.
- [21] STATCH, E. Basic properties of electrons and electron sources. *nanoHUB.org* [online]. 2008, 16. Dostupné z: <https://nanohub.org/resources/3903/download/2008.01.09-mse582-12.pdf%5Cnhttps://nanohub.org/resources/3901>
- [22] NEWSBURY, Dale E, David C. JOY, Patrick ECHLIN, Charles E. FIORI a Joseph I. GOLDSTEIN. *Advanced Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. First Edit. New York: Springer Science+Business Media, 502 s., 1986. ISBN 978-1-4757-9029-0.
- [23] BALIGA, B. Jayant. *Fundamentals of Power Semiconductor Devices*. New York: Springer Science+Business Media, 1069 s., 2008. ISBN 978-0-387-47313-0.
- [24] CUI, Zheng. *Nanofabrication: principles, capabilities and limits*. First edit. New York: Springer, 343 s., 2008. ISBN 978-0-387-75576-2.
- [25] HALLIDAY, David, Robert RESNICK a Jearl WALKER, DUB, Petr, ed. *Fyzika*. 2. přepřac. Brno: VUTIUM, c2013. Překlady vysokoškolských učebnic. ISBN 978-80-214-4123-1.
- [26] MARSTON, Ray. FET Principles And Circuits — Part 1; NUTS & VOLTS [online]. 2000. Dostupné z: https://www.nutsvolts.com/magazine/article/fet_principles_and_circuits_part_1
- [27] KARLOVSKÝ, Juraj. *Příprava řezů vzorků a jejich analýza metodou SIMS*. Brno, 2018, 62 s. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Petr Bátor, Ph.D.
- [28] PARK, Il-Yong a Yearn-Ik CHOI. Trench Cathode TIGBT with Improved Latch-up Characteristics. *Physica Scripta* [online]. 1999, **T79**(1), 337–340 s. ISSN 0031-8949. Dostupné z: doi:10.1238/Physica.Topical.079a00337
- [29] TESCAN | *Gas Injection System* [online]. [vid. 2019-04-15]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/accessories/gis>
- [30] TESCAN | *Nanomanipulators* [online]. [vid. 2019-04-01]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/accessories/nanomanipulators>
- [31] TESCAN | *STEM Detectors* [online]. [vid. 2019-04-10]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/en-us/technology/detectors/stem-detectors>

- [32] BURDET, Pierre. *Three Dimensional Microanalysis by Energy Dispersive Spectrometry: Improved data processing* [online]. B.m.: École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2012, 112 s. Dostupné z: doi:10.5075/epfl-thesis-5501
- [33] CANTONI, Marco a Pierre BURDET. Microanalysis in a FIB/SEM: EDX in 3D. In: *What can we expect, where are the limits*. Graz, Centre Interdisciplinaire de Microscopie Electronique: École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2017, s. 19.

SEZNAM ZKRATEK

2D	dvojměrný (two-dimensional)
3D	trojměrný (three-dimensional)
AE	Augerův elektron (Auger Electron)
BF	světlé pole (Bright Field)
BSE	zpětně-odražený elektron (Back-Scattered Electron)
CEITEC	Central European Institute of Technology
cps	počet dopadů za sekundu (counts-per-second)
CT	výpočetní tomografie (Computed Tomography)
DC	stejněsměrný proud (Direct Current)
DD-EM	elektronový násobič tvořený izolovanými dynodami (Discrete Dynode Electron Multiplier)
DF	tmavé pole (Dark Field)
Duo	duoplazmatron
EBIC	indukce proudu elektronovým svazkem (Electron Beam Induced Current)
EBSD	difrakce zpětně-odražených elektronů (Electron Backscatter Diffraction)
EDX	energieově disperzní spektroskopie (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy)
FC	Faradayova miska (Faraday Cup)
FEBID	depozice indukovaná fokusovaným elektronovým svazkem (Focused Electron Beam Induced Deposition)
FEG	emise elektronů silným elektrickým polem (Field emission gun)
FIB	fokusovaný iontový svazek (Focused Ion Beam)
FIBID	depozice indukovaná fokusovaným iontovým svazkem (Focused Ion Beam Induced Deposition)
GCIB	iontový svazek tvořený ionizací plynného klastru (Gas Cluster Ion Beam)
GFIS	iontový zdroj s ionizací plynu vlivem elektrického pole (Gas Field Ion Source)
GIS	systém vstřikování plynu (Gas Injection System)
HV	vysoké vakuum (High Vacuum)
IBE	leptání iontovým svazkem (Ion Beam Etching)
IC	integrovaný obvod (Integrated Circuit)
IGBT	bipolární tranzistor s izolovaným hradlem (Insulated Gate Bipolar Transistor)
JFET	polem řízený tranzistor (Junction Gate Field Effect Transistor)
LMIG	iontový zdroj z tekutého kovu (Liquid Metal Ion Gun)

LMIS	iontový zdroj z tekutého kovu (Liquid Metal Ion Source)
MOS	struktura kov-oxid-polovodič (Metal Oxide Semiconductor)
MOSFET	polem řízený transistor se strukturou kov-oxid-polovodič (Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor)
NASA	Národní úřad pro letectví a kosmonautiku (National Aeronautics and Space Administration)
ROI	oblast zájmu (Region of Interest)
SE	sekundární elektron (Secondary electron)
SEM	rastrovací elektronová mikroskopie (Scanning Electron Microscopy)
SI	sekundární iont (Secondary Ion)/povrchově ionizační zdroj (Surface Ionization)
SIMS	hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů (Secondary Ion Mass Spectrometry)
STEM	rastrovací transmisní elektronová mikroskopie (Scanning Transmission Electron Microscopy)
TEM	transmisní elektronový mikroskop (Transmission Electron Microscopy)
TIGBT	bipolární tranzistor s izolovaným hradlem (Trench Insulated Gate Bipolar Transistor)
TOF	doba letu (Time Of Flight)
UHV	ultra vysoké vakuum (Ultra High Vacuum)
WD	pracovní vzdálenost (Working Distance)