



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

SONDY SPM S INTEGROVANÝM SENZOREM PRO MĚŘENÍ ELEKTRICKÝCH VLASTNOSTÍ MATERIÁLŮ

SELF-SENSING SPM PROBES FOR MEASURING ELECTRICAL PROPERTIES OF MATERIALS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

ADAM OČKOVIČ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. MICHAL PAVERA, Ph.D.

BRNO 2022

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Adam Očkovič**
Studijní program: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Studijní obor: bez specializace
Vedoucí práce: **Ing. Michal Pavera, Ph.D.**
Akademický rok: 2021/22

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.1111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Sondy SPM s integrovaným senzorem pro měření elektrických vlastností materiálů

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Jednou z významných oblastí zájmu oborů zabývajících se nanotechnologiemi, jako je například polovodičový průmysl, je povrchová analýza elektrických vlastností materiálů. Mezi nejčastější analytické metody elektrických vlastností povrchů se řadí i některé techniky ze skupiny technik rastrovací sondové mikroskopie (SPM) využívající elektricky citlivé sondy. Standardně jsou tyto sondy běžně dostupné pro SPM využívající ke snímání signálu optickou detekci. V některých aplikacích, například kombinací SPM s elektronovou mikroskopií, má optická detekce řadu technických omezení, a proto se jeví výhodné používat pro měření sondy obsahující integrovaný senzor. Tato práce je zaměřena na modifikaci a optimalizaci těchto sond s integrovaným senzorem za účelem jejich použití pro analýzu elektrických vlastností povrchů.

Cíle bakalářské práce:

- 1) Provedte rešeršní studii SPM sond používaných pro měření elektrických vlastností.
- 2) Navrhněte a vyrobte elektricky citlivou sondu s integrovaným senzorem.
- 3) Navržené řešení otestujte.

Seznam doporučené literatury:

MEYER, Ernst, Hans Josef HUG a Roland BENNEWITZ. Scanning probe microscopy: the lab on a tip. Berlin: Springer, c2004. Advanced texts in physics. ISBN 35-404-3180-2.

VŮJTEK, Milan, Roman KUBÍNEK a Miroslav MAŠLÁŇ. Nanoskopie. V Olomouci: Univerzita Palackého, 2012. ISBN 978-80-244-3102-4.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2021/22

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

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

Abstrakt

Bakalářská práce je zaměřena na úpravu sond s integrovaným senzorem využitelných pro měření vodivostních charakteristik povrchů v mikroskopii atomárních sil. V první části je uvedena teorie týkající se mikroskopie atomárních sil, vodivostního měření a depozice pomocí iontového svazku. Dále je zde popsán způsob výroby a limitace použití elektricky vodivých sond s opticky čtenou výchylkou. V praktické části jsou uvedeny hlavní problémy sond s integrovanými senzory při vodivostním měření. Dále je popsána samotná úprava sond, provedené měření s těmito sondami a návrhy pro zlepšení vlastností sond.

Summary

The bachelor's thesis is focused on the modification of probes with an integrated sensor usable for measuring conductivity characteristics of surfaces in atomic force microscopy. The first part presents the theory concerning atomic force microscopy, conductivity measurement and deposition using an ion beam. Furthermore, the method of production and limitation of the use of electrically conductive probes with optically read deflection is described. The practical part presents the main problems of probes with integrated sensors in conductivity measurements. Furthermore, the modification of the probes themselves, the measurements made with these probes and suggestions for improving the properties of the probes are described.

Klíčová slova

SPM, AFM, CAFM, FIB, FIBID, Piezorezistivní snímání s aktivním článkem, vodivost

Keywords

SPM, AFM, CAFM, FIB, FIBID, Piezo-Resistive sensing & Active, conductivity

OČKOVIČ, A. *Sondy SPM s integrovaným senzorem pro měření elektrických vlastností materiálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2022. 47 s. Vedoucí Ing. Michal Pavera, Ph.D.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci na téma *Sondy SPM s integrovaným senzorem pro měření elektrických vlastností materiálů* vypracoval sám s odborným vedením mého vedoucího, a že veškerá použitá literatura je uvedena v seznamu citací.

Adam Očkovič

Chtěl bych poděkovat svému vedoucímu doktoru Ing. Michalu Paverovi, Ph.D. za odborné vedení a cenné rady. Dále bych rád poděkoval Ing. Ondřeji Novotnému za předání zkušeností s měřením AFM a úpravou sond. Také chci poděkovat doktoru Ing. Tomáši Šamořilovi, Ph.D. za provedení úprav sond na Plasma FIB. V neposlední řadě děkuji rodině a přátelům za podporu během studia.

Adam Očkovič

Obsah

Úvod	3
1 Mikroskopie	5
1.1 Mikroskopie atomárních sil	5
1.1.1 Kontaktní režim	6
1.1.2 Bezkontaktní režim	6
1.1.3 Poklepový režim	7
1.2 Detekční senzory mikroskopu atomárních sil	7
1.3 Vodivostní mikroskopie atomárních sil	9
1.4 Rastrovací elektronová mikroskopie	10
1.5 Fokuzovaný iontový svazek	11
1.5.1 Leptání elektronovým/iontovým svazkem	12
1.5.2 Depozice elektronovým/iontovým svazkem	12
2 Elektricky vodivé sondy	14
2.1 Výroba sond	14
2.1.1 Tenkovrstvé sondy	14
2.1.2 Leptané silikonové sondy	15
2.2 Úprava hrotu	15
2.2.1 Povlak sond	15
2.2.2 Tenkovrstvé vodivé sondy	17
2.2.3 Konverze materiálu	17
2.3 Rozlišení a opotřebení vodivých hrotů	17
2.3.1 Rozlišení mikroskopu s elektrickými sondami	17
2.3.2 Mechanické a elektrické opotřebení	18
3 Problematika měření CAFM	19
3.1 Mikroskop LiteScope	19
3.2 Měření hrotem	19
3.3 Měření vzorkem	20
4 Depozice vodivé vrstvy na hrot	22
4.1 Nanášení platiny iontovým svazkem	22
4.2 Nanášení platiny elektronovým svazkem	24
4.3 Úprava hrotu - staré sondy	26
4.4 Úprava hrotu - nové sondy	28
5 Zvětšování odporu R_{WH}	29
5.1 Úprava galiovým iontovým svazkem	29
5.2 Úprava xenonovým iontovým svazkem	31
6 Měření CAFM	33
6.1 První měření proudu hrotem	33
6.2 Porovnání dvou způsobů měření CAFM	35
6.3 Nanesení tlusté vrstvy	37

OBSAH

6.4 Návrhy úprav	39
Závěr	41
Literatura	45
Seznam použitých zkratek a symbolů	47

Úvod

Měření lokálních vodivostních charakteristik bylo vždy spojeno s mikroskopií rastrovací sondou (SPM, *Scanning Probe Microscopy*). V počátku na tomto principu vznikl samotný rastrovací tunelový mikroskop (STM, *Scanning Tunneling Microscope*), který měří lokální tunelovací proud mezi atomy povrchu a hrotem. S postupem času byla potřeba zkoumat lokální vodivost oxidových vrstev SiO_2 na křemíku Si. Vrstvy byly ovšem tak tlusté, že STM mikroskop nebylo možné na tyto vrstvy použít a mnohem praktičtější se ukázalo využití mikroskopie atomárních sil (AFM, *Atomic Force Microscopy*) s použitím vodivých sond. Tato metoda mikroskopie je dnes nazývána jako vodivostní mikroskopie atomárních sil (CAFM, *Conductive Atomic Force Microscopy*) a je rozšířena do mnoha vědních oborů [11].

Sondy AFM mikroskopu mají velice ostrý hrot, který přejíždí v těsné blízkosti nad povrchem a v důsledku meziatomových sil jsou sondy různě vychylovány. Míra vychýlení je poté detekována detekčním senzorem a zaznamenávána ve formě datových obrázků [1]. Při měření vodivostního AFM je potřeba použít sondy s vodivým hrotem a zaznamenávat elektrický proud tekoucí hrotem a vzorkem vlivem přiloženého napětí [11].

Měření CAFM bývá nejběžněji prováděno s optickou detekcí průhybu sondy, kdy na zadní stranu sondy svítí laser a pomocí fotodetektoru je zaznamenáván odražený laserový paprsek od sondy. Použití optické detekce je ovšem v některých případech značně omezující. Průhyb sondy lze také detekovat integrovanými senzory tvořené piezorezistivními články zapojené do Wheatstoneova můstku, které v důsledku deformace mění svůj elektrický odpor. Nicméně takovéto sestavení s sebou nese i jisté omezení, které v běžném CAFM nejsou přítomné. Mezi nejzávažnější problémy CAFM s integrovanými senzory patří ovlivnění detekce v důsledku vedení měřeného elektrického proudu sondou nebo v opačném zapojení ovlivnění měřeného elektrického proudu od napájení detekčního senzoru.

Sondy s integrovaným senzorem pro měření CAFM jsou využity v omezených prostorech jako v případě korelace s rastrovacím elektronovým mikroskopem (SEM, *Scanning Electron Microscopy*). Tato kombinace umožňuje zároveň získávat informace o topografii, lokální elektrické vodivosti či obraz z rastrovacího elektronového mikroskopu. Vývoj těchto sond by poté mohlo umožnit získávání elektrických veličin jako je lokální rozložení gradientu elektrického pole (EFM, *Electrostatic Force Microscopy*) či rozložení lokálního potenciálu (KPFM, *Kelvin-Probe Force Microscopy*). Ve spojení s elektronovým mikroskopem, což sondy s integrovaným senzorem umožňují, by bylo možné také provádět analýzu polovodičů měřením proudu indukovaného elektronovým svazkem (EBIC, *Electron Beam Induced Current*).

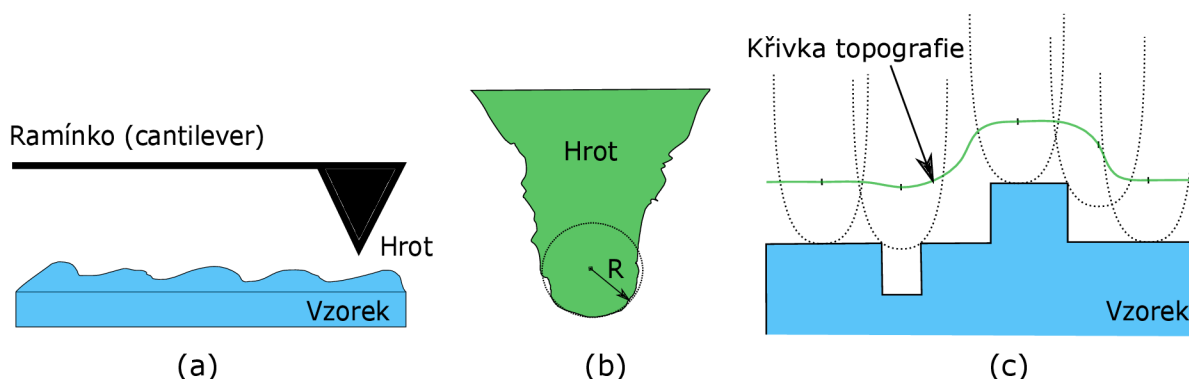
1. Mikroskopie

Tato kapitola se zabývá teoretickou částí práce. Jsou v ní popsány techniky mikroskopie použité v této práci a jejich fyzikální princip. Práce je zaměřená na úpravu sond mikroskopie atomárních sil určené pro měření lokální vodivosti povrchů. Proto je potřeba nejdříve nabýt teoretických znalostí mikroskopie atomárních sil a vodivostní mikroskopie atomárních sil. Dále je potřeba uvést základní principy rastrovacího elektronového mikroskopu a fokusovaného iontového svazku, které se v této kombinaci vyrábějí a jsou vhodné pro zobrazování či samotnou úpravu nanostruktur.

1.1. Mikroskopie atomárních sil

Jednou ze základních skupin technik mikroskopie je mikroskopie rastrovací sondou (SPM, *Scanning Probe Microscopy*). Tato metoda využívá k rastrování sondu s velmi ostrým hrotem, která přejíždí v těsné blízkosti nad povrchem vzorku. Dělení této techniky je velmi obsáhle a patří do ní například měření topografie nebo měření různých elektrických a magnetických vlastností povrchů.

Technika měření topografie je nazývána mikroskopie atomárních sil (AFM, *Atomic Force Microscopy*). Princip měření je založen na vychylování sond, která se skládá z raménka (*cantilever*) zakončeného hrotem (obrázek 1.1a) o definovaném vrcholovém poloměru R (obrázek 1.1b). Vrcholový poloměr hrotu přímo ovlivňuje rozlišení mikroskopu a je tedy důležitým parametrem (obrázek 1.1c). Hrot přejíždějící po vzorku s velkým vrcholovým poloměrem nedokáže rozlišit malé struktury [2].



Obrázek 1.1: (a) Schéma sondy mikroskopu atomárních sil. (b) Vrcholový poloměr hrotu R . (c) Vliv velkého vrcholového poloměru na měření topografie (zelená křivka).

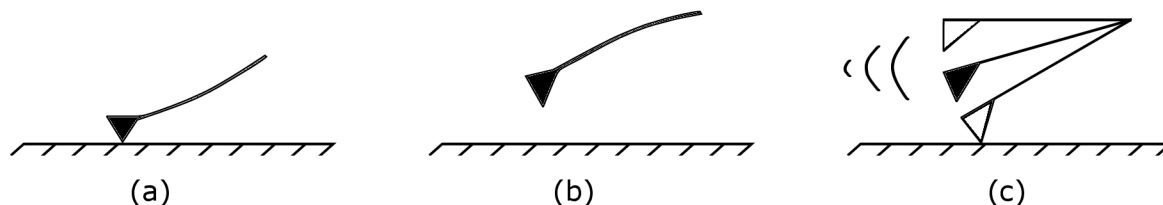
AFM je založené na působení meziatomových sil a vzájemném ovlivňování hrotu sondy a vzorku. Působící interakční síly mohou být přitažlivé nebo odpudivé a způsobují vychýlení raménka z rovnovážné polohy. Fyzikální princip je popsán Lennard–Jonesovým potenciálem (potenciální energie mezi vzorkem a hrotem mikroskopu):

$$U(r) = 4\varepsilon \left[\left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} - \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 \right], \quad (1.1)$$

kde ε je experimentálně určena konstanta [1], a r_0 je vzdálenost v níž je potenciální energie nulová. První člen rovnice (1.1) s vyšším exponentem má význam odpudivé síly a člen s nižším exponentem význam síly přitažlivé. Průběh síly je pak získán záporně vzatým

1.1. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL

gradientem potenciální energie. Podle vzdálenosti r od vzorku, ve které je rozhodnuto měření provádět, se AFM dělí na tři režimy - kontaktní, bezkontaktní a pokleповý (*tapping*) (obrázek 1.2) [1].

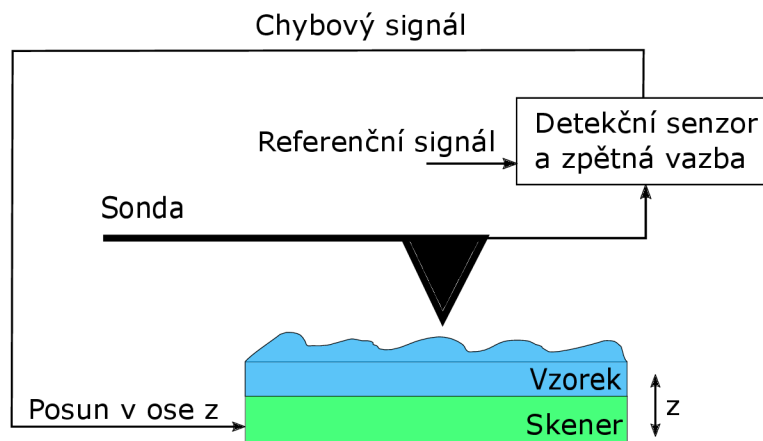


Obrázek 1.2: Režimy AFM. (a) Kontaktní, (b) bezkontaktní a (c) pokleповý (*tapping*) režim.

1.1.1. Kontaktní režim

Je-li hrot přiblížen tak blízko k povrchu vzorku, že na něj působí pouze odpudivé síly, jedná se o režim kontaktní (obrázek 1.2a). Vychýlení raménka v důsledku rastrování po vzorku je zaznamenáváno pomocí detekčních sensorů. Režim je používán především pro zkoumání tvrdých materiálů, u kterých nedochází k velkému poškození povrchu vzorku rastrováním. K měření jsou používána raménka s malou tuhostí (0,01 N/m až 0,6 N/m) [1, 5].

Měření lze provádět v módech konstantní výšky, konstantní síly nebo v kombinaci obou módů. Při konstantní výšce není se sondou či vzorkem pohybováno ve směru osy z a je pouze zaznamenáváno vychýlení raménka. Naopak v režimu konstantní síly je při každém vychýlení raménka upravena vzájemná poloha sondy a vzorku pomocí zpětnovazebného systému. Je tedy snaha raménko navrátit do referenční polohy, ve které působí předem zvolená konstantní (referenční) síla (obrázek 1.3) [1].



Obrázek 1.3: Schéma iteračního posouvání skeneru (vzorku) v ose z pro udržení referenční hodnoty síly.

1.1.2. Bezkontaktní režim

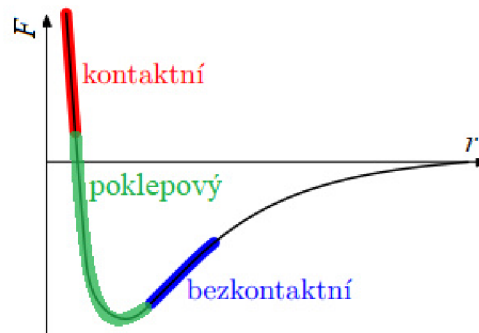
V kontaktním režimu může docházet k poškození vzorku zapříčiněným velmi malou vzdáleností mezi hrotem a vzorkem. V případě měření měkkých materiálů lze využít bezkontaktního režimu, který je méně destruktivní (obrázek 1.2b). Bezkontaktní režim lze využít

i k měření tvrdých povrchů, měření ovšem není tak přesné jako v režimu kontaktním. V tomto režimu převládají přitažlivé síly (obrázek 1.4).

Princip je založen na rozkmitání raménka na vlastní frekvenci s malou amplitudou. Využívá se především raménko s vysokou tuhostí (20 N/m až 100 N/m) [5] a tedy i vysokou rezonanční frekvencí. Nejprve je zvolena referenční vzdálenost mezi vzorkem a hrotem, které odpovídá určitá vlastní frekvence. Při rastrování je tato rezonanční frekvence ovlivňována v důsledku interakce se vzorkem. Je měřen posun vlastní frekvence a opět je sonda či vzorek iteračně posouván v ose z a navrácen do předem zvolené referenční vzdálenosti - podobně jako u módu konstantní síly (obrázek 1.3) [2].

1.1.3. Pokleповý režim

Poslední z používaných režimů je pokleповý. Sonda bývá rozkmitána jako v režimu bezkontaktním, ovšem s takovou amplitudou, že sonda přechází z kontaktního režimu do bezkontaktního a naopak (obrázek 1.2c). Rozsah sil a vzdáleností užívaných v tomto režimu se pohybuje mezi režimem kontaktním a bezkontaktním (obrázek 1.4). Raménko bývá používáno poměrně tuhé, nejčastěji 30 N/m až 50 N/m [5], neboť je potřeba, aby se bylo schopné odpoutat od povrchu a nezůstalo zachyceno v kontaktním režimu. Při měření je zaznamenávána buďto změna amplitudy nebo změna rezonanční frekvence. Pokleповý režim je používán nejčastěji, neboť nedochází k velkým poškozením hrotu a vzorku jako v případě kontaktního režimu. V porovnání s bezkontaktním režimem lze režimem pokleповým zaznamenávat větší detaily [2].



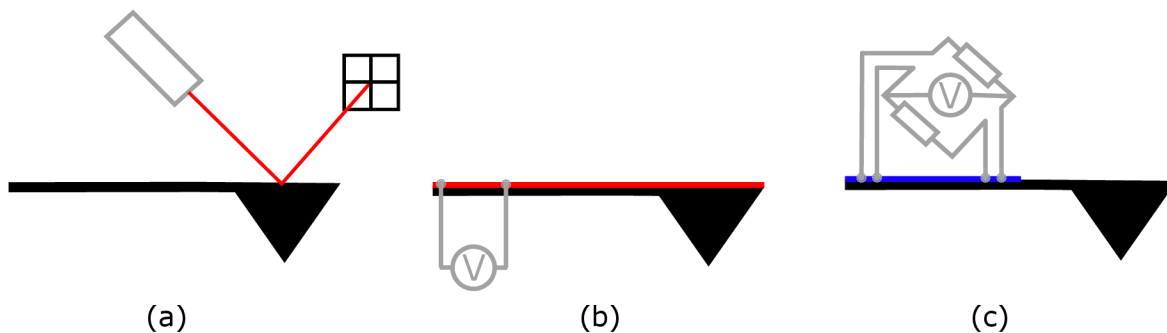
Obrázek 1.4: Průběh interakční síly závislý na vzdálenosti mezi vzorkem a hrotem. Odvozeno z Lennard-Jonesova potenciálu, současně se zaznačenými oblastmi režimů měření. Převzato a upraveno z [1].

1.2. Detekční senzory mikroskopu atomárních sil

Detekčních senzorů je mnoho druhů a jejich způsob detekce je rozdílný. Různými fyzikálními principy je měřeno vychýlení raménka z rovnovážné polohy a poté toto vychýlení převáděno na souřadnici v ose z . Popis nejběžněji používaných je uveden v následujícím textu.

Jeden ze způsobů jak měřit průhyb sondy je pomocí optické detekce využívajícího laseru. Laser svítí šikmo na vrchní stranu sondy, ze které je pak paprsek odražen směrem do fotodiody. Sondy mívají na své zadní straně nanesené vysoce odrazivé vrstvy, aby

1.2. DETEKČNÍ SENZORY MIKROSKOPU ATOMÁRNÍCH SIL

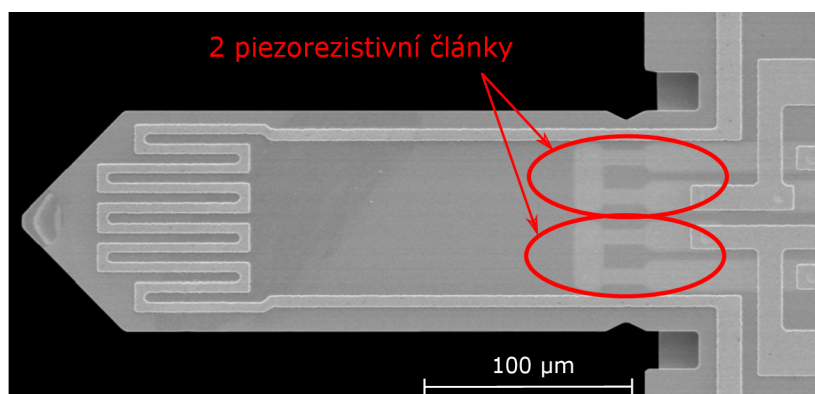


Obrázek 1.5: Detekční senzory pro měření vychýlení raménka. (a) Optická detekce, (b) detekce pomocí piezoelektrického jevu a (c) detekce pomocí piezorezistivního jevu a Wheatstonova můstku. Převzato a upraveno z [2].

nedocházelo ke ztrátě intenzity světelného paprsku. Fotodioda, která je zpravidla čtyřsektorová, dokáže zaznamenávat nejen deformaci v důsledku ohybu, nýbrž i v důsledku krutu raménka (obrázek 1.5a). Horní a spodní část fotodiody detekuje průhyb a poté z posunu skeneru či sondy, což snižuje vzájemné silové působení, je získávána informace o výškovém profilu vzorku. Obě části (horní a spodní) jsou dále rozděleny na další dvě části (pravá a levá). Rozdíl signálů z pravé a levé části pak zajišťuje informaci o krutu raménka. Tento způsob detekce je užíván nejčastěji [6].

Průhyb raménka lze alternativně detekovat piezoelektrickými články (obrázek 1.5b). Materiály s piezoelektrickým jevem lze pomocí přiloženého elektrického napětí deformovat a to velice přesně. Tato vlastnost materiálu funguje i naopak, při deformaci je generováno elektrické napětí, které lze měřit. Sondy jsou potažené tenkými vrstvami, které tento jev vykazují. Tyto sondy bývají velice často používány pro dynamické režimy měření AFM. Sonda je rozkmitána přiloženým střídavým napětím na piezoelektrickou strukturu. Opačným způsobem, kdy měříme napětí na piezoelektrické struktuře, je detekovat průhyb raménka [9]. Sondy s tímto typem detektoru jsou často označovány jako samosnímací (*self sensing*).

Poměrně často používaná bývá také detekce pomocí piezorezistivního jevu (obrázek 1.5c). Dva piezorezistivní články, které při deformaci mění svůj odpor, jsou umístěny na nejvíce namáhané místo raménka, na kterém je největší ohybový moment (obrázek 1.6). Oba tyto piezorezistivní články jsou zapojeny do Wheatstoneova můstku, zpravidla paralelně. Zbylé dva odpory v můstku jsou referenční. Sondy s piezorezistivními články zapojené do Wheatstoneova můstku jsou nazývány jako sondy s integrovaným senzorem.



Obrázek 1.6: Umístění piezorezistivních článků na sondě.

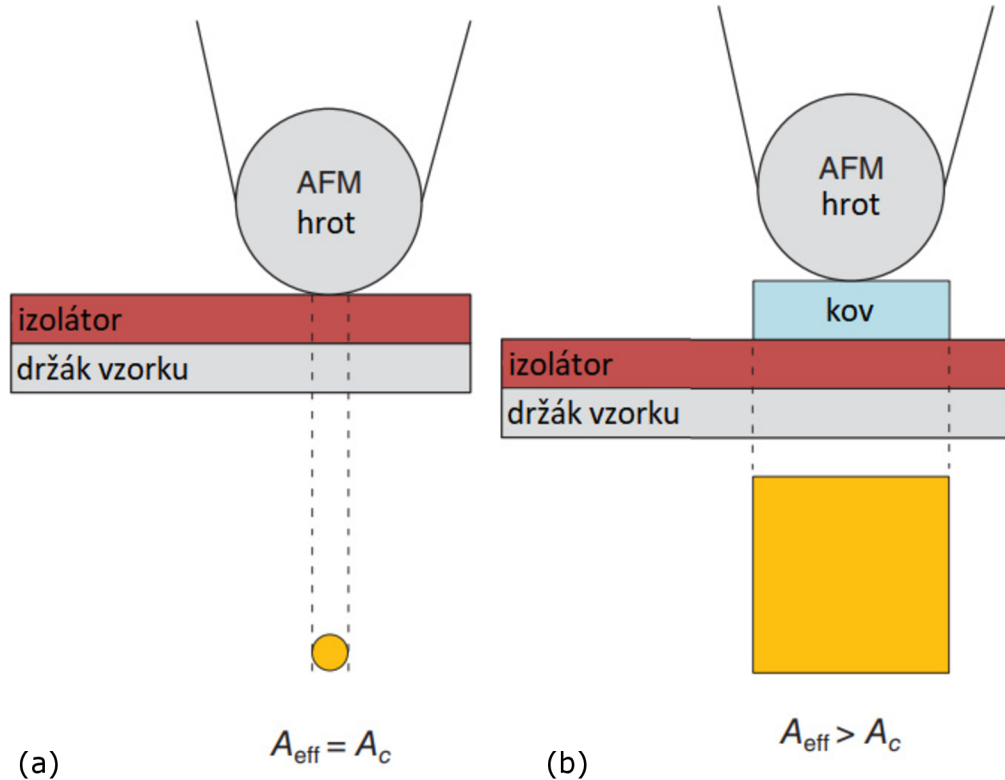
Samotný můstek je napájen konstantním napětím. Při zjišťování průhybu raménka je měřeno výstupní napětí na můstku, které se mění díky změnám odporů piezorezistivních článků v důsledku deformace. Těmito sondami není možné detekovat torzní deformaci raménka, protože je dostupná pouze jedná výstupní hodnota, ze které je určován průhyb [8]. Sondy s posledním uvedeným typem senzorů jsou předmětem této práce.

1.3. Vodivostní mikroskopie atomárních sil

Měření lokálního elektrického proudu je nazýváno vodivostní mikroskopie atomárních sil (CAFM, *Conductive Atomic Force Microscopy*). Tato technika se řadí do skupiny SPM, neboť využívá k měření rastrovací sondu. Sonda rastrující po vzorku získává současně informaci o topografii a lokálním elektrickém proudu. Měření probíhá v kontaktním režimu, nejčastěji za využití optické detekce. Aby tato metoda fungovala je potřeba zajistit, aby sonda měla vodivý hrot a mezi hrot a vzorek bylo přivedeno elektrické napětí. Měřený lokální proud je poté měřen ampérmetrem. Celkový měřený proud I je dán rovnicí

$$I = J \cdot A_{eff}, \quad (1.2)$$

kde J je proudová hustota a A_{eff} je efektivní plocha, kterou elektrony mohou procházet. Proudová hustota je závislá na vodivosti a na napětí mezi vzorkem a hrotem, lokálních defektech a nehomogenitě vzorku. Efektivní plochy závisí na vodivosti vzorku, geometrii hrotu, vlhkosti vzduchu a mnoha dalších faktorech. Velikost efektivní plochy se pohybuje v rozmezí desetin čtverečných nanometrů po tisíce čtverečných mikrometrů. Je potřeba



Obrázek 1.7: Znázornění rozdílu mezi kontaktní plochou A_c a plochou efektivní A_{eff} při (a) nevodivém kontaktu a (b) vodivém kontaktu. Převzato a upraveno z [11].

1.4. RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

rozlišit kontaktní plochu A_c (plocha, kterou se hrot dotýká vzorku) od plochy efektivní A_{eff} (plocha, kterou na daném místě tečou elektrony), která poté vystupuje ve vztahu (1.2). Zpravidla je A_{eff} větší nebo rovna A_c (obrázek 1.7) [11].

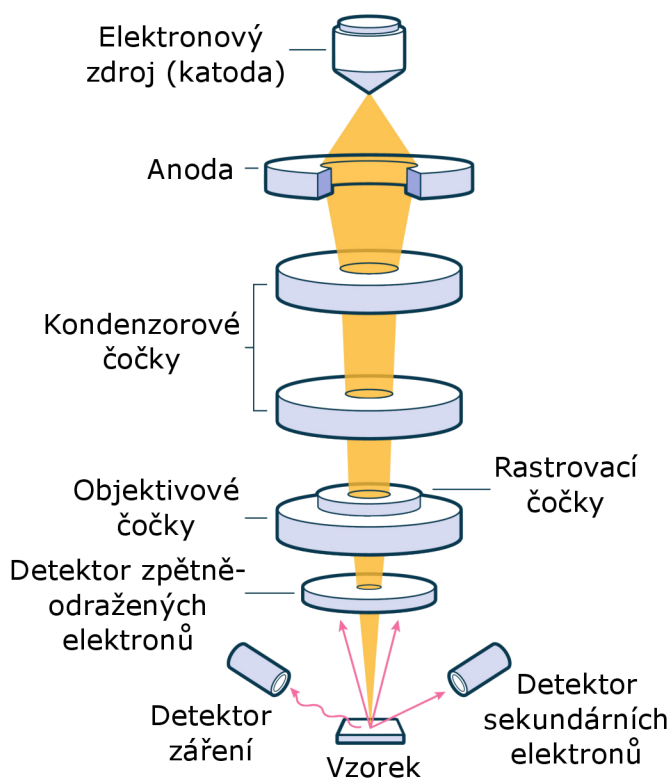
1.4. Rastrovací elektronová mikroskopie

Jedna z možností pro pochopení a důkladné poznání AFM sond je využití elektronového mikroskopu. Tyto mikroskopy jsou využívány především díky většímu rozlišení v porovnání s všem známým mikroskopem optickým. Mez rozlišení mikroskopů je dána vztahem

$$d_{min} \approx \frac{\lambda}{NA}, \quad (1.3)$$

kde λ je vlnová délka použitého záření a NA je numerická apertura, která se udává především u optických mikroskopů a určuje účinnou světelnost objektivu. Z rovnice lze vypočítat, že rozlišitelná vzdálenost d_{min} klesá s vlnovou délkou λ . Pro co nejmenší rozlišitelnou vzdálenost (největší rozlišení) je potřeba použít co nejkratší vlnové délky. V případě optického mikroskopu je využíváno fotonových zdrojů, především tedy viditelného světla. V elektronových mikroskopech jsou využívány urychlené elektrony, které mají vlnový charakter taktéž, což umožnilo vzniku elektronových mikroskopů [12].

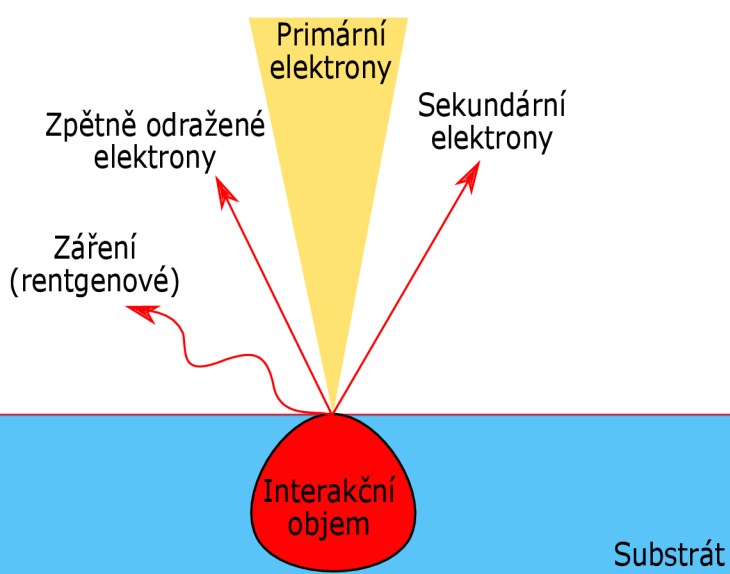
Jedním z elektronových mikroskopů je rastrovací elektronový mikroskop (SEM, *Scanning Electron Microscopy*). Princip samotného mikroskopu je založen na interakci urychlených elektronů se vzorkem. Elektrony jsou emitovány z katody a pomocí elektrického napětí mezi katodou a anodou urychlovány na požadovanou energii. Po urychlení jsou



Obrázek 1.8: Rastrovací elektronový mikroskop. Popis částí a detektorů mikroskopu. Převzato a upraveno z [14].

elektrony pomocí kondenzorových čoček (elektromagnetické čočky) upraveny z divergentního svazku na rovnoběžný svazek elektronů. Poté objektivové čočky svazek částic fokusují do místa zájmu pozorování. Rastrování svazkem po vzorku je zajištěno pomocí rastrovacích čoček, které vychylují elektronový svazek (obrázek 1.8) [13].

Dopad elektronů na vzorek způsobí emisi částic a záření (obrázek 1.9). Vznikají zpětně odražené elektrony, sekundární elektrony a rentgenové či infračervené záření. Různé signály jsou detekovány různými detektory a poté analyzovány. Zpětně odražené elektrony jsou primární elektrony elasticky odražené od jader atomů vzorku. Jsou detekovány detektorem, který leží ve směru nejpravděpodobnějšího odrazu, tedy hned za objektivovou čočkou. Sekundární elektrony vznikají vyražením elektronu z elektronového obalu atomů vzorku primárními elektrony. Jejich energie je menší než zpětně odražených elektronů a jsou zachycovány detektorem, na který je přivedeno kladné napětí, které sekundární elektrony přitahuje. Aby bylo předejito nechtěným střetům elektronů s atomy atmosféry je potřeba zajistit vakuum v místech, kudy elektrony prochází [13].



Obrázek 1.9: Interakce elektronu se vzorkem za vzniku nových částic a záření.

1.5. Fokusovaný iontový svazek

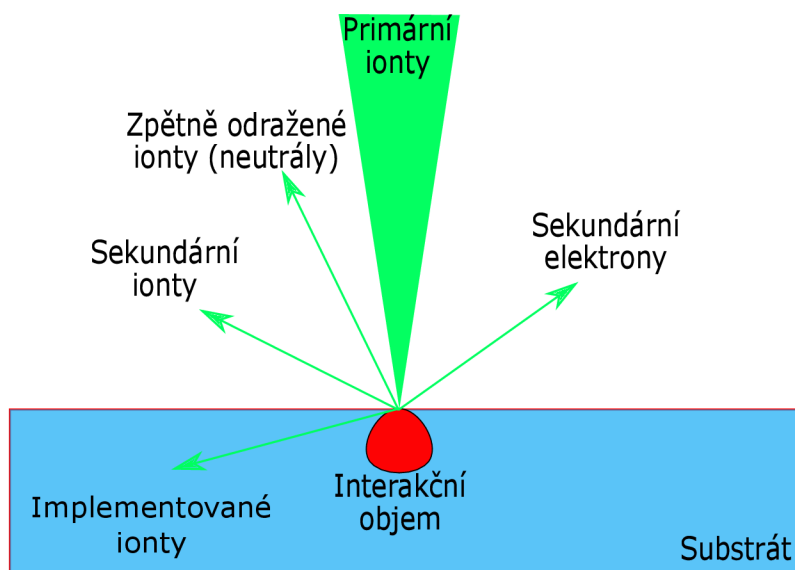
Pro úpravu sond je potřeba lokálně vytvářet vodivé vrstvy. K tomuto účelu je vhodné využít fokusovaný iontový svazek (FIB, *Focused Ion Beam*). Iontový svazek je v principu podobný elektronovému s tím rozdílem, že využívá urychlené ionty místo elektronů. S FIB lze také deponovat, odprašovat či leptat struktury [16].

Nejčastěji se iontový svazek používá ve spojení s rastrovacím elektronovým mikroskopem (FIB-SEM), neboť toto spojení umožňuje provádět litografii (tvorba struktur) a současně pozorování pomocí SEM. Součástí takového spojení mikroskopů bývá také systém vstřikování plynů (GIS, *Gas Injection System*). GIS je zásobník s různými plyny, který dokáže přivádět kapilárami tyto plyny (prekurzory) na vzorek a provádět tak leptání či depozici [15].

Kladné ionty jsou podobně jako u SEM urychlovány a mířeny do místa pozorování. Srážka iontů se vzorkem způsobí emisi nových částic a záření (obrázek 1.10). Touto in-

1.5. FOKUSOVANÝ IONTOVÝ SVAZEK

Interakci vznikají zpětně odražené ionty, sekundární ionty, sekundární elektrony a implementované ionty. Zpětně odražené ionty vznikají srážkou s jádry atomů ve vzorku a jsou odraženy směrem zpět, kde jsou i detekovány. Sekundární ionty (neutrály) jsou odprášené ionty vzorku primárními ionty svazku. Sekundární elektrony vznikají obdobně jako v interakci vzorku s elektronovým svazkem (vyražením elektronu z elektronového obalu atomů vzorku). Interakcí iontového svazku vzniká mnohem více sekundárních elektronů než v případě interakce vzorku s elektronovým svazkem. Vysokoenergetické ionty lze implementovat do vzorku, což může být občas i nežádoucí. Pozorování pomocí FIB je ve většině případech destruktivní, neboť ionty mají o několik řádů větší hmotnost než samotné elektrony. Také interakční objem se v důsledku větších rozměrů iontů liší, elektrony pronikají hlouběji do vzorku než-li ionty [16].



Obrázek 1.10: Interakce iontu se vzorkem za vzniku nových částic.

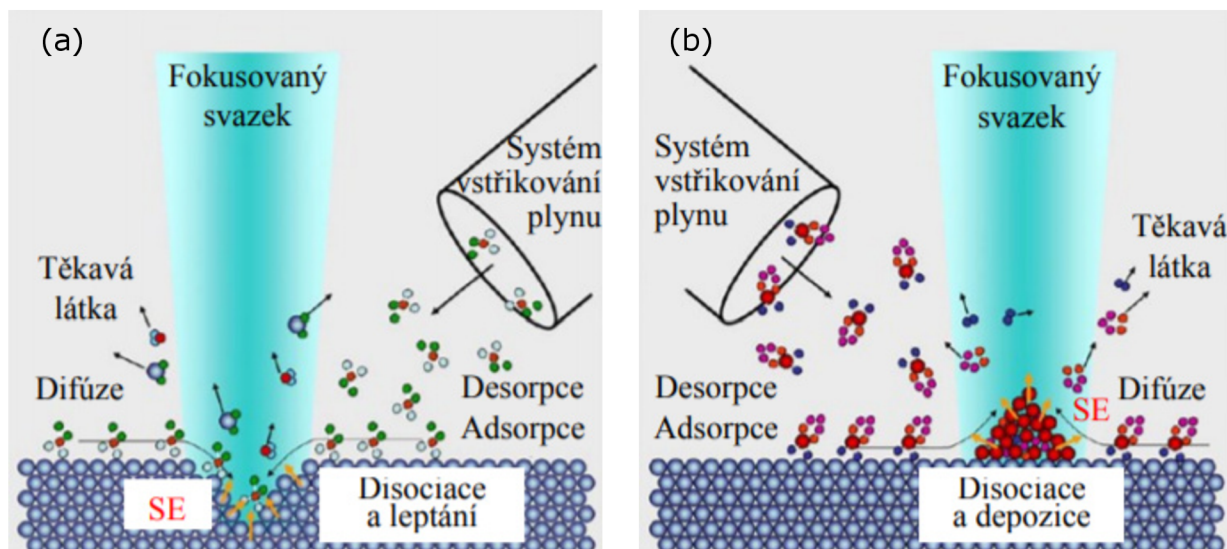
1.5.1. Leptání elektronovým/iontovým svazkem

Pomocí iontového svazku lze materiály leptat (FIBIE, *Focused Ion Beam Induced Etching*). Leptání lze provádět i pomocí elektronového svazku (FEBIE, *Focused Electron Beam Induced Etching*). Proces leptání probíhá tak, že je přiveden prekursor pomocí kapilár GIS. Fokuseovaný svazek vyráží ze vzorku sekundární elektrony, pomocí kterých je stimulována chemická reakce (obrázek 1.11a). Při chemické reakci disociují (štěpí se) molekuly prekursoru. Zda dojde k depozici či leptání záleží pouze na použití správného druhu prekursoru. Při chemické reakci se přilepují (adsorbují) molekuly prekursoru k atomům vzorku a následně dochází k odpoutání (desorpci) od povrchu vzorku celé této molekuly. Tyto látky jsou nazývané těkavé, neboť desorbují z povrch vzorku [17].

1.5.2. Depozice elektronovým/iontovým svazkem

Použitím prekursoru určenému k depozici, lze deponovat různé materiály. Depozici lze provádět jak elektronovým svazkem (FEBID, *Focused Electron Beam Induced Deposition*) tak i iontovým svazkem (FIBID, *Focused Ion Beam Induced Deposition*). Při chemické

reakci molekuly prekursoru disociují, kdy část je desorbována (těkavá látka) a část zůstává adsorbována na povrchu vzorku (obrázek 1.11b). V případě iontového svazku může při depozici docházet k odprašování jak deponované vrstvy tak atomů vzorku. Depozice iontovým svazkem je ovšem rychlejší díky vzniku většího počtu sekundárních elektronů, které chemickou reakci stimulují. Elektronovým svazkem lze pouze deponovat, nedochází k odprašování, ale je o poznání pomalejší [17].



Obrázek 1.11: Princip (a) leptání a (b) depozice iontovým či elektronovým svazkem. Převzato z [15].

2. Elektricky vodivé sondy

Tato kapitola se zabývá sondami určenými k měření elektrických vlastností materiálu. Popsány jsou především sondy, které používají optickou detekci.

Samotné sondy bývají vyrobeny nejčastěji z vysoce dopovaného křemíku a jejich hrot bývá povrstven vodivou vrstvou, sloučeninou kovů či nanokrystalu diamantu [11].

Existují dva způsoby výroby AFM sond. První z nich je depozice materiálu do předem vytvarované formy (vyleptaného křemíkového waferu), která je poté odstraněna. A druhý způsob je postupným leptáním křemíkového waferu, dokud nezůstane pouze sonda s hrotem. Takto vyrobené sondy je poté nutno upravit, aby byly vodivé. Toho je dosaženo nejčastěji potažením hrotu tenkou vodivou vrstvou. U deponovaných sond lze zvolit materiál, který bude vodivý a dále sondu není potřeba upravovat [11].

2.1. Výroba sond

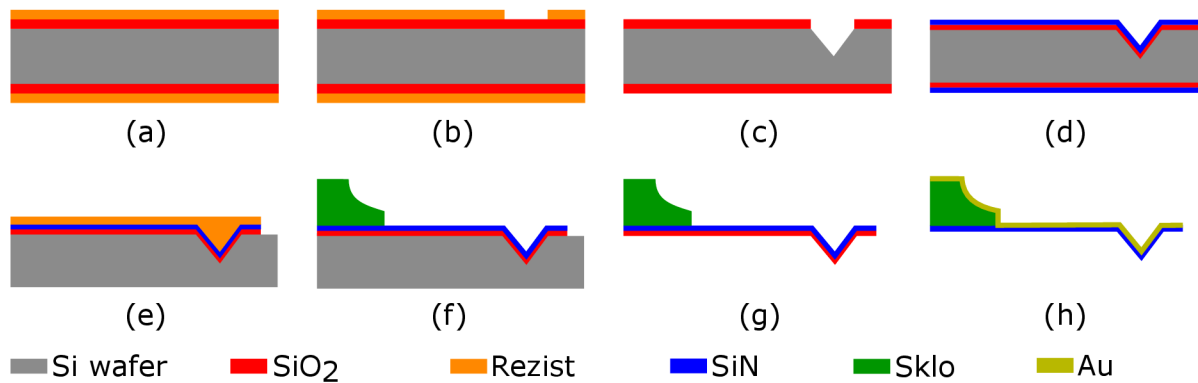
Vyráběné sondy pro kontaktní mód musí mít vhodné elastické vlastnosti. Jejich tuhost musí být taková, aby docházelo k prohýbání sondy v důsledku působení meziatomových sil. Tento požadavek však má i svou spodní hranici. Je důležité, aby sondy nebyly tak měkké, že by zůstaly přilepené na povrchu vzorku a nemohly se od něj odpoutat. Při kontaktním režimu dochází k působení bočních sil, a proto je nutné, aby raménka byla odolná proti příliš velkému zkroucení [1].

2.1.1. Tenkovrstvé sondy

Výroba tenkovrstvých sond je založena na depozici materiálů a následném postupném leptání. Tímto způsobem lze vyrobit sondy s velmi malou tuhostí, nejčastěji v rozmezí 0,01 N/m až 2 N/m [11].

Samotná výroba tenkovrstvých sond má spoustu litografických kroků a je velmi náročná. Deponované sondy jsou vytvořeny postupem zvaným *bottom-up*, protože nejdříve vytvoříme formu, ve které je poté sonda formována.

Výroba začíná depozicí oxidové vrstvy a následným nanesením fotorezistu na obě strany silikonového waferu (obrázek 2.1a). Fotorezist je poté osvětlen na určitém místě a vyvolán, čímž dojde k odstranění rezistu na osvětleném místě (obrázek 2.1b). Leptáním v kyselině fluorovodíkové dochází k odstranění oxidové vrstvy na místech, kde není chráněna rezistem. Poté následuje omytí rezistu acetonem a leptání v hydroxidu draselném za vzniku díry ve tvaru pyramidy (obrázek 2.1c). Depozicí oxidové vrstvy vzniká vrstva oxidu i v místě odleptané díry. Následné nanesení vrstvy nitridu (nitridu titanu [18], křemíku [19]) určuje tloušťku samotné sondy (obrázek 2.1d), protože po dokončení všech litografických procesů zůstane pouze tato vrstva. Na svrchní stranu je opět nanesen fotorezist. Fotolitografií a leptáním je odstraněna vrstva oxidu a nitridu na zadní straně a udána velikost sondy (obrázek 2.1e). Poté je omyt rezist a k vrstvě nitridu je přilepena skleněná destička (obrázek 2.1f). Leptáním v hydroxidu draselném je odstraněn silikonový wafer a zůstává pouze nitridová sonda přilepená na skleněnou destičku a chráněná oxidovou vrstvou ze spodní strany (obrázek 2.1g). Odstraněním oxidové vrstvy v kyselině fluorovodíkové je sonda hotová. Poté lze na zadní stranu nadeponovat vrstvu zlata pro optickou detekci (obrázek 2.1h) [1, 18, 19]. Sonda vyrobená tímto způsobem má symetrický



Obrázek 2.1: Proces výroby deponovaných sond. (a) Nanesení oxidové vrstvy a rezistu. (b) Vyvolání rezistu. (c) Leptání díry ve tvaru pyramidy. (d) Opětovné nanesení vrstvy oxidu a nově nitridu křemíku. (e) Odstranění vrstev na spodní straně waferu a udání velikosti sondy. (f) Přilepení skleněné destičky. (g) Odleptání silikonového waferu. (h) Odstranění ochranné oxidační vrstvy a nanesení vrstvy zlata pro optickou detekci. Převzato a upraveno z [19].

hrot ve tvaru pyramidy (obrázek 2.3a). Tímto způsobem je také možné vytvořit sondu s rohovým hrotem, který se nachází na volné straně sondy (obrázek 2.3b).

2.1.2. Leptané silikonové sondy

Předchozí metoda je poměrně náročná, neboť je potřeba přenést sondu z vyleptané formy na skleněnou destičku. Jednodušší metodou je postupné leptání silikonového waferu, kdy po dokončení procesů zůstává sonda s hrotem. Tento přístup je nazýván *top-down*. Lze dosáhnout tuhostí sond v rozmezí 0,1 N/m až 1000 N/m [11].

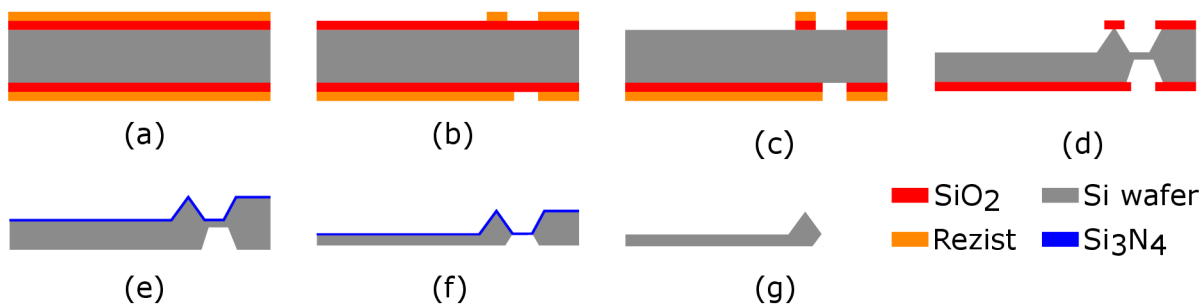
Proces začíná depozicí oxidové vrstvy a nanesením fotorezistu na silikonový wafer (obrázek 2.2a). Osvícením fotorezistu a vyvoláním dojde k odstranění rezistu na potřebných místech (obrázek 2.2b). Následuje izotropické mokré leptání (leptání ve všech směrech stejné) v kyselině fluorovodíkové na místech nechráněných rezistem (obrázek 2.2c). Po omytí rezistu následuje anizotropní mokré leptání (leptání závislé na směru) v hydroxidu draselném, po kterém jsou vytvořeny šikmé strany hrotu (obrázek 2.2d). Po odstranění vrstvy oxidu je na vrchní stranu sondy nadeponována ochranná vrstva nitridu křemíku (obrázek 2.2e). Mokřím anizotropním leptáním je sonda zúžena na potřebnou tloušťku, která závisí na požadované tuhosti (obrázek 2.2f). Nakonec je odleptána i vrstva nitridu (obrázek 2.2g) a vzniká silikonová sonda s hrotem (obrázek 2.3c) [1, 19, 20]. Díky vysoce dopovanému křemíku, který se chová jako polovodič je tento typ sond používán nejčastěji [11].

2.2. Úprava hrotu

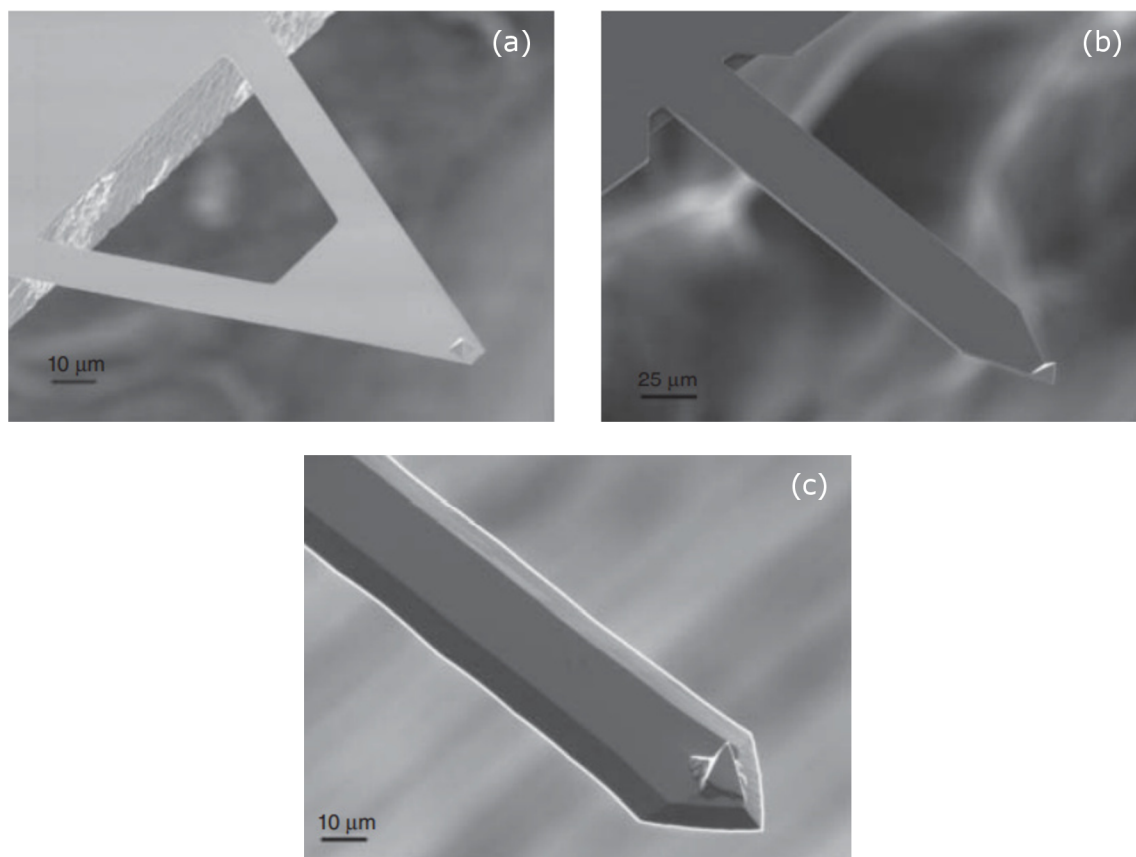
2.2.1. Povlak sond

Způsob, jak z klasické silikonové sondy udělat sondu vodivou, je nanést na její hrot vodivou vrstvu. Nejčastěji bývá použito naprašování či napaření kovů (zlato, stříbro, titan, platina, nikl) nebo sloučenin těchto prvků. Tloušťka těchto vrstev určuje velikost vrcholového poloměru, který se pohybuje nejčastěji od 30 nm do 100 nm [11]. Také je možné

2.2. ÚPRAVA HROTU

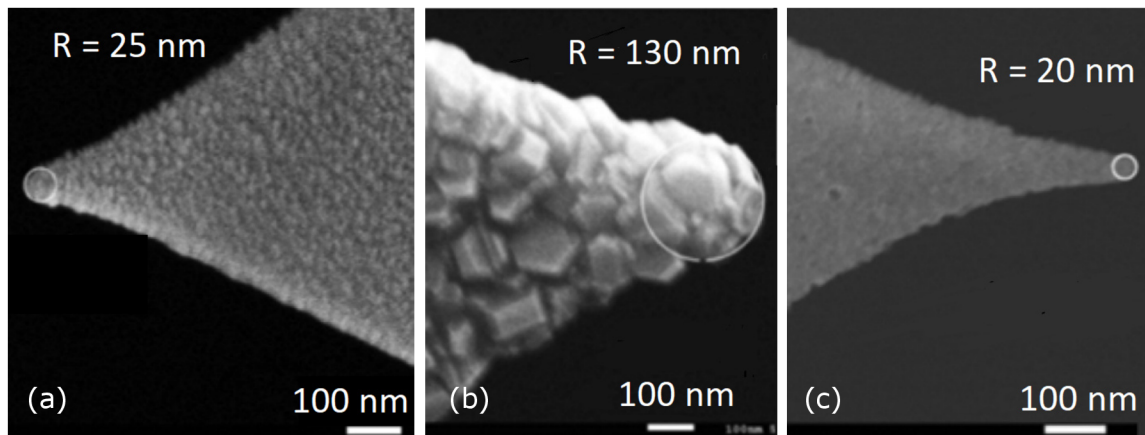


Obrázek 2.2: Proces výroby leptaných sond. (a) Nanesení oxidové vrstvy a rezistu. (b) Vyvolání rezistu. (c) Izotropické mokré leptání. (d) Tvorba hrotu při anizotropickém mokrému leptání. (e) Nanesení ochranného nitridu křemíku. (f) Zúžení tloušťky sondy při leptání. (g) Hotová silikonová sonda. Převzato a upraveno z [19].



Obrázek 2.3: Sondy vytvořené různým způsobem s různým hrotem. (a) Deponovaná tenkovrstvá sonda s pyramidovým hrotem. (b) Deponovaná sonda s rohovým hrotem. (c) Leptaná sonda s hrotem. Převzato z [11].

na hrot nechat narůst nanokrystalky diamantů pomocí chemické depozice z plynné fáze (CVD, *Chemical Vapor Deposition*). CVD je způsob vytváření tenkých vrstev, kdy je na vzorek přiveden jeden nebo více plynů (prekursorů). Za vysoké teploty spolu látky reagují a vytvářejí tenkou vrstvu požadovaného materiálu. K dosažení vodivosti takovýchto nanokrystalků je potřeba tloušťky alespoň 100 nm, což je nejmenší možná dosažitelná velikost diamantových zrn. Tato velikost zrn ovlivňuje velikost vrcholového poloměru, který má nejmenší spodní hranici také 100 nm [22]. V současné době je nejčastěji využíváno povrstvení platinou (obrázek 2.4a), při kterém lze dosáhnout malého vrcholového poloměru.



Obrázek 2.4: Srovnání mikroskopického pohledu na hroty s vrstvou (a) platiny, (b) diamantových nanokrystalků a (c) silicidu platiny. Převzato z [21].

Životnost platinové vrstvy je krátká. Oproti tomu diamantové krystalky (obrázek 2.4b) mají dlouhou životnost, ale daleko větší vrcholový poloměr hrotu [11].

2.2.2. Tenkovrstvé vodivé sondy

Využitím samotného procesu výroby deponovaných sond lze vytvořit vodivou sondu bez pozdější dodatečné úpravy. Nahrazením nitridu křemíku jako konečného materiálu sondy lze použít vodivý materiál. Do vyleptané díry je nanесena vrstva vodivého materiálu a poté pokračuje výrobní proces deponovaných sond. Nejdůležitějším krokem výroby je správné nanесení vrstvy na dno pyramidové díry. Tato depozice ovlivňuje velikost vrcholového poloměru [23].

2.2.3. Konverze materiálu

Využívá se také možnost úpravy hrotu za pomoci termálního žíhání. Na silikonovou sondu je nanесena vrstva platiny, která je poté žíhána v peci. Po procesu vzniká na hrotu silicid platiny. Tato sloučenina je termálně odolnější než používané čisté kovy, lépe tvarovatelná [24], vodivější než samotný křemík a tvrdší než čisté kovy [11]. Touto úpravou lze dosáhnout velikosti vrcholového poloměru hrotu 20 nm (obrázek 2.4c)[21].

2.3. Rozlišení a opotřebení vodivých hrotů

2.3.1. Rozlišení mikroskopu s elektrickými sondami

Rozlišení mikroskopu je závislé na velikosti vrcholového poloměru hrotu sond, která je ovlivněna nanесenou vodivou vrstvou. Hrot s nejmenším vrcholovým poloměrem způsobí rozlišení největší a naopak. Z obrázku 2.4 lze vidět, že nejlepší schopnost rozpoznávání detailu na vzorku bude mít hrot s vrstvou silicidu platiny a naopak nejhorší hrot s diamantovými nanokrystalky.

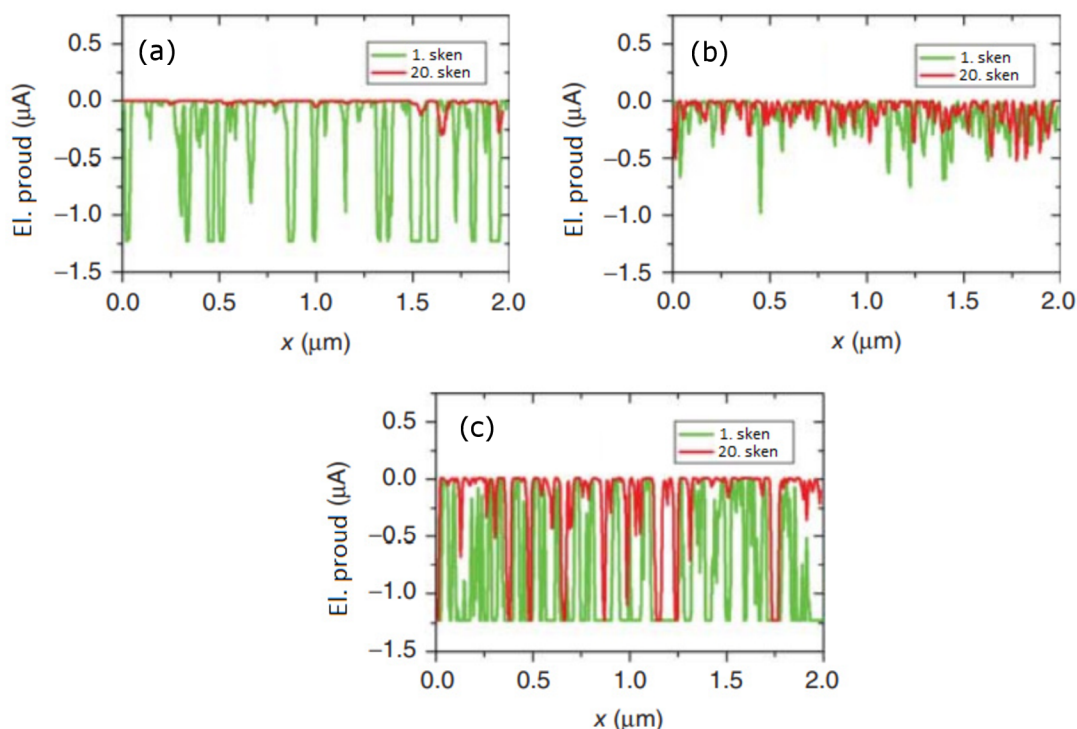
Rozlišení v měření proudu je dále závislé na vodivosti použité vrstvy hrotu. Materiály s vyšší vodivostí jsou citlivější na slabé proudy, a proto dokážou rozlišit větší detaily a tím zaznamenat i místa, kde je elektrický proud poměrně slabý.

2.3.2. Mechanické a elektrické opotřebení

Při rastrování hrotu po vzorku v kontaktním režimu dochází k opotřebení hrotu. Opotřebení je závislé na energii mezi hrotem a vzorkem, je-li větší než je vazební energie atomů na povrchu hrotu, dochází k ztupení hrotu. Mechanické opotřebení přímo ovlivňuje rozlišení mikroskopu. Použitím různých vodivých vrstev lze ztupení hrotu oddálit. Nejdélší životnost má hrot s diamantovými nanokrystalky. Naopak hroty s kovovými vrstvami či vrstvami silicidu platiny se opotřebovávají rychleji [25].

Mechanické opotřebení může vést k degradaci či úplné ztrátě vodivosti hrotů - elektrické opotřebení. Porovnání třech rozdílných vrstev (platina, diamantové krystaly, silicid platiny) je znázorněno na obrázku 2.5. Zaznamenán je elektrický proud prvního a dvacátého skenu. V případě platinového hrotu (obrázek 2.5a) je měřený proud po posledním skenování téměř nulový. Diamantový vodivý povrch (obrázek 2.5b) není tolik citlivý na elektrický proud jako platinový, ale jeho elektrické opotřebení je ze všech vrstev nejmenší. Hrot povrstvený silicidem platiny (obrázek 2.5c) je nejcitlivější ze všech třech a jeho opotřebení není tolik výrazné jako u hrotu platinového [11].

Hrot lze také poškodit při přivedení velkého napětí na vzorek. I relativně malý proud v řádech nano či mikroampérů a při kontaktní ploše od $10^{-3} \mu\text{m}^2$ do $10^{-2} \mu\text{m}^2$ vede k velké hustotě elektrického proudu. Velká proudová hustota způsobuje v místě dotyku hrotu se vzorkem extrémní teploty, což může vést až k roztavení hrotu či vzorku [11].



Obrázek 2.5: Elektrické opotřebení hrotů s vodivou vrstvou (a) platiny, (b) diamantových krystalů a (c) silicidu platiny po prvním a dvacátém skenu. Převzato a upraveno z [11].

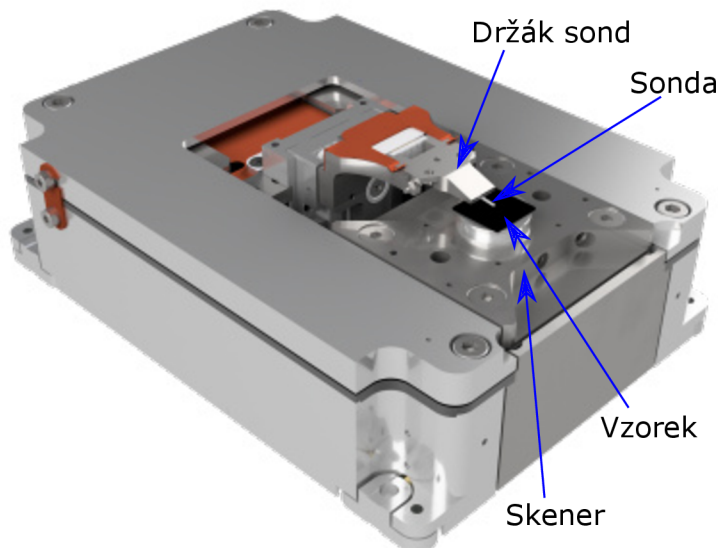
3. Problematika měření CAFM

Měření vodivostního AFM s optickou detekcí je používáno běžně. K měření CAFM v této práci je ovšem použit SPM mikroskop *LiteScope*, který optickou detekci nepodporuje a je možné použít pouze sondy samosnímací. CAFM s použitím sond s integrovanými senzory je ovšem problematičtější a nese sebou řadu problémů, které pocházejí buďto od samotných sond či od limitů mikroskopu. Na mikroskopu *LiteScope* lze vodivostní měření provést dvěma způsoby: měření proudu hrotem a měření proudu vzorkem, přičemž u každého způsobu jsou problémy odlišné. Sondy, které by dokázaly měřit oběma způsoby, na trhu neexistují.

3.1. Mikroskop LiteScope

V mnoha měřeních s AFM je optická detekce omezující, neboť laser a detektor omezují celý prostor nad sondou. V případě detekce integrovanými senzory tento problém nevzniká. Společnost NenoVision vytvořila SPM mikroskop *LiteScope* (obrázek 3.1), který využívá k detekci sondy s integrovanými senzory. Sondy jsou uchyceny držákem sond a jejich hrot směřuje směrem ke zkoumanému vzorku. Držák je přichycen k pohyblivému skeneru, který zajišťuje rastrování. Tento mikroskop je vyjimečný tím, že jej lze umístit do rastrovacího elektronového mikroskopu a sledovat jak topografii vzorku, tak obraz získaný z elektronového mikroskopu [26].

Při měření CAFM vznikají omezení spojené s tímto mikroskopem. Podstatným problémem je omezení rozsahu ampérmetru, který je ± 50 nA.

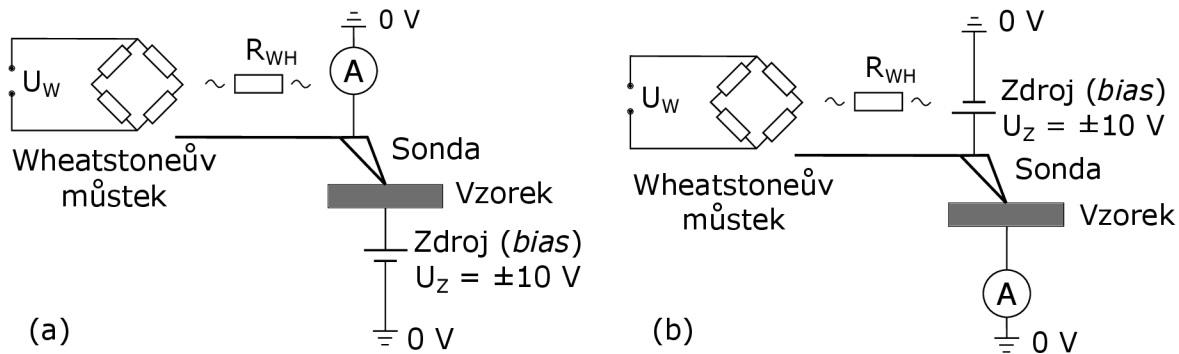


Obrázek 3.1: SPM mikroskop *LiteScope* se znázorněnými částmi. Převzato a upraveno z [26].

3.2. Měření hrotem

První možnost měření CAFM s piezorezistivními sondami na mikroskopu *LiteScope* je stejná jako v případě optické detekce. Ze zdroje elektrického napětí (*bias*) je přivedeno

3.3. MĚŘENÍ VZORKEM



Obrázek 3.2: Elektrické obvody dvou způsobů měření CAFM s piezorezistivními sondami. (a) Měření proudu hrotem, napětí na vzorku. (b) Měření proudu vzorkem, napětí na hrotu.

napětí na vzorek a je měřen proud prošlý hrotem (obrázek 3.2a). Na *bias* lze přivést napětí v rozmezí $U_Z = \pm 10 \text{ V}$. Každá sonda s integrovaným senzorem je charakteristická odporem R_{WH} , který udává odpor mezi Wheatstoneovým můstkem a kontaktem, kterým teče měřený proud. V ideálním případě by odpor byl nekonečný a měření by probíhalo standardním způsobem jako v případě optické detekce. Takové sondy ovšem neexistují.

První problém je spojen se saturací ampérmetru ($\pm 50 \text{ nA}$). Wheatstoneův můstek je napájen konstantním diferenciálním napětím $U_W = 2, 5 \text{ V}$. Není-li sonda v těsné blízkosti povrchu vzorku je odpor mezi hrotem a vzorkem téměř nekonečný a do ampérmetru teče pouze proud z můstku. Z ohmova zákona plyne, že odpor R_{WH} musí být minimálně $50 \text{ M}\Omega$, aby ampérmetr byl přesně v nejnižší možné saturaci. Z tohoto vyplývá, že je potřeba alespoň odpor $100 \text{ M}\Omega$, aby ampérmetr nebyl ihned po příjezdu do kontaktu nasycen.

Při příjezdu do kontaktu se sondami s $R_{WH} < 50 \text{ M}\Omega$ a přivedení napětí na *bias*, začne část proudu, která tekla do ampérmetru, téct do vzorku. To znamená, že na ampérmetru se mění měřená hodnota v závislosti na odporu mezi hrotem a vzorkem. Takovéto hodnoty ovšem nemají fyzikální význam, protože vždy nějaký nestálý poměr proudu projde z můstku do ampérmetru, který je pak ovlivňován nekonstantním proudem. Toto by se dalo přirovnat k tomu, že je napětí na *biasu* během měření měněno. Měřené hodnoty jsou pak o tuto nestálou hodnotu posouvány od skutečné. Je možné z měření pouze vypočítat zda určité místo na vzorku vede či nikoli.

Sondy pro takovéto měření je možné použít mají-li odpor $R_{WH} > 100 \text{ M}\Omega$, v opačném případě měření nemá smysl. Takovéto sondy na trhu neexistují a měření proudu hrotem tak není možné.

3.3. Měření vzorkem

Parametry sestavy pro měření proudu vzorkem jsou stejné jako pro měření proudu hrotem. Liší se pouze sestavení, kdy je prohozen zdroj s ampérmetrem (obrázek 3.2b).

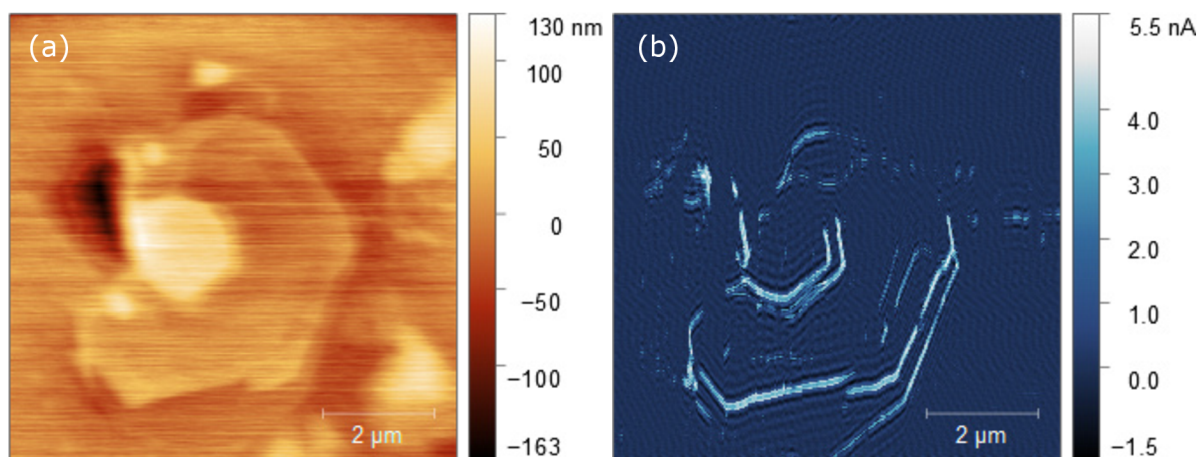
V tomto zapojení vzniká problém s ovlivňováním můstku od *biasu*. Není-li sonda v kontaktu je odpor mezi hrotem a vzorkem téměř nekonečný. Z můstku protéká proud přes odpor R_{WH} do zdroje napětí. To ovlivňuje Wheatstoneův můstek, který poté není vyvážen. Na můstek lze přivést kompenzační napětí, které jej vyváží. Je-li přivedeno napětí na *bias* a se sondou přijeto do kontaktu, tak proud se opět rozděluje a měření by i v tomto zapojení nemělo smysl.

3. PROBLEMATIKA MĚŘENÍ CAFM

Tento problém je však řešitelný dodáním odporu za vzorek. Tento odpor způsobí, že teče-li proud z *biasu* do Wheatstoneova můstku i vzorku, tak vhodnou velikostí odporu poteče vždy větší část do můstku. Je potřeba zajistit, aby proud, který teče před měřením do můstku byl stále pokud možno konstantní. Jde primárně o to, aby změny napětí, které se objevují na můstku vlivem napětí na hrotu, byly minimální vůči signálu způsobeného výchylkou sondy. Optimalizačním procesem bylo zjištěno, že je potřeba aby tento odpor byl $1\text{ M}\Omega$.

Měření je tedy možné provádět i se sondami, které mají odpor $R_{WH} < 50\text{ M}\Omega$. Snaha je se takovému obejití vyhnout a používat sondy, které odpor R_{WH} mají co největší.

Výsledek měření CAFM, kdy je proud měřen vzorkem, je znázorněn na obrázku 3.3. Vzorek je měděný substrát, na kterém jsou metodou CVD narostlé vločky (*flake*) karbidu molybdenu Mo_2C . Oba tyto materiály jsou vodivé a při měření CAFM by měly být pozorovatelné rozdílné vodivosti materiálů. Nicméně lze pozorovat, že sonda při rastrování po vzorku měří jen proud po hranách vloček. Tento jev je způsoben sedřením vodivé vrstvy z hrotu sondy. Hrot je poté pokryt jen po stranách a měří proud jen na hranách vzorku (hranová vodivost). Rozdíl ve vodivosti materiálů není možný takto pozorovat.



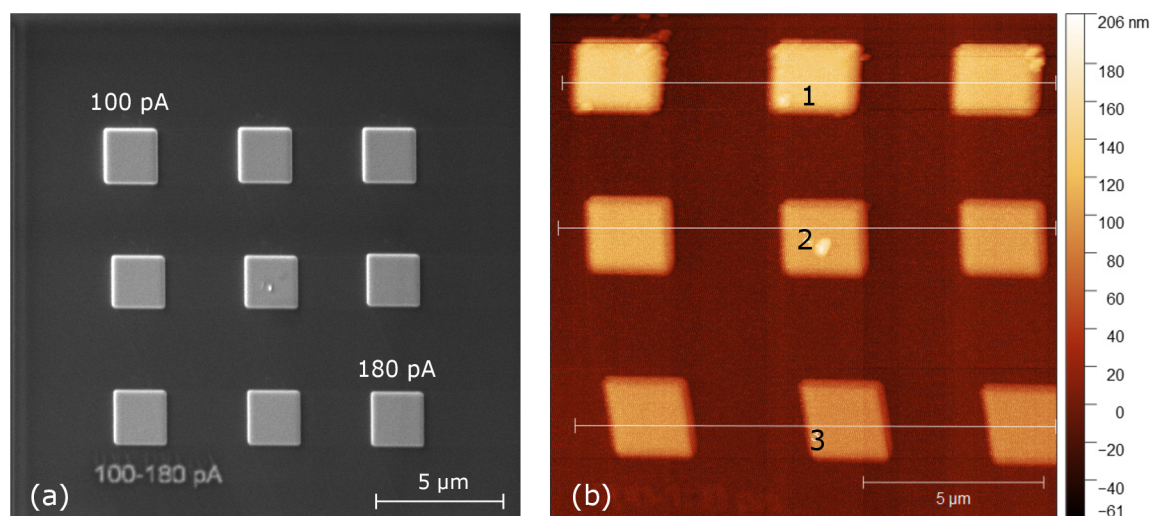
Obrázek 3.3: Měření CAFM v konfiguraci s ampérmetrem za vzorkem (měření vzorkem). (a) Topografie vzorku s (b) měřeným lokálním proudem.

4. Depozice vodivé vrstvy na hrot

Výroba elektricky vodivých sond pro měření CAFM je prováděna pomocí FIB. Sondy použité pro výrobu jsou komerčně dostupné AFM sondy od firmy SCL určené pro měření topografie. Jsou upravovány nanosením vrstvy platiny na hrot a spojením s kontaktem, který je naveden do ampérmetru.

4.1. Nanášení platiny iontovým svazkem

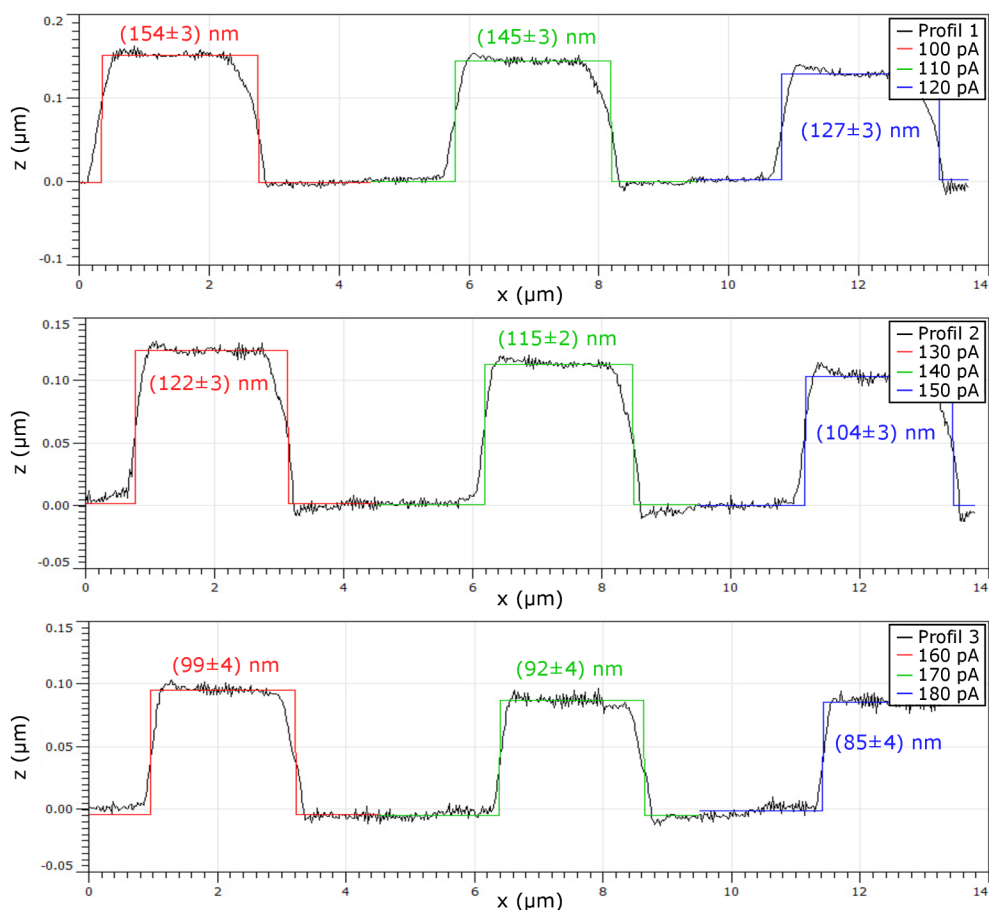
Vrstva nanášená na hrot musí být přesně definována, a proto je potřeba určit nanášecí rychlosti platiny. Depozici lze provádět pomocí iontového či elektronového svazku s použitím správného prekurzoru z GIS. Nanášení je prováděno na mikroskopu LYRA od společnosti Tescan v Středoevropském technologickém institutu (CEITEC, *Central European Institute of Technology*). K tvorbě vrstev je využita metoda FIBID. Samotné nanášení je závislé na mnoha faktorech iontového svazku: energie urychlených iontů, proud svazku, stopa svazku, doba prodlevy v jednom pixelu t_d (*dwelt time*) a rozteč pixelů d . Bylo zvoleno napětí na zdroji 30 kV, stopa svazku 50 nm, *dwelt time* $t_d = 0,2 \mu\text{s}$ a rozteč $d = 1$ (1 odpovídá tomu, že jsou pixely v těsné blízkosti vedle sebe, ale nepřekrývají se). Poté bylo vytvořeno během jedné depozice devět platinových čtverců s plochou $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$ (obrázek 4.1a) a přednastavenou výškou 100 nm. Pro každý deponovaný čtverec bylo použito různého proudu iontového svazku (10 pA až 1000 pA) a zaznamenáván čas depozice. Poté následovalo měření topografie na AFM mikroskopu *LiteScope* (obrázek 4.1b).



Obrázek 4.1: Deponované čtverečky platiny s obsahem $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$, parametry depozice $t_d = 0,2 \mu\text{s}$, $d = 1$, energií iontů 30 kV, pro rozmezí proudu od 100 pA do 180 pA. (a) Obrázek z elektronového mikroskopu a (b) topografický obrázek z AFM mikroskopu.

Z měření topografie lze pomocí výškového profilu podél křivky určit výšky deponovaných čtverečků (obrázek 4.2). Lze vidět, že i přes předem nastavenou výšku 100 nm se reálná hodnota výšky čtverečků mění s proudem iontového svazku. Poté je dopočítána rychlost objemové depozice, což je objem, který se nadeponuje za jednotku času. Tyto hodnoty spolu s výškami čtverečků platiny jsou zaznamenány v tabulce 4.1. Při měření AFM je pozorovatelná deformace čtverečků, která je způsobena špatným uchycením vzorku na držák. Na změřené hodnoty výšky by drift vzorku neměl mít vliv.

4. DEPOZICE VODIVÉ VRSTVY NA HROT



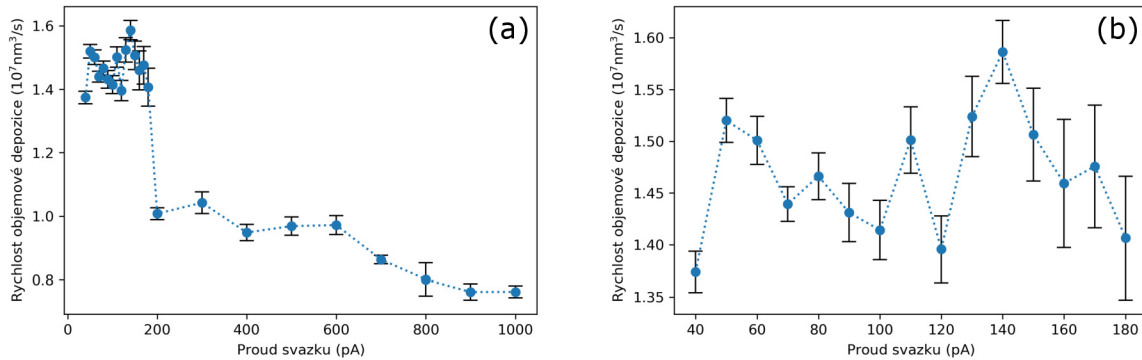
Obrázek 4.2: Topografický profil podél křivek znázorněných na obrázků 4.1b.

Tabulka 4.1: Zaznamenané hodnoty času depozice, výšky deponovaných čtverečků a vypočtené hodnoty rychlosti objemové depozice při různých proudech iontového svazku. Pro pozdější depozici byla zvolená hodnota při proudu svazku 60 pA - vyznačeno zeleně.

Proud svazku (pA)	Čas depozice (s)	Výška profilu (nm)	Rychlost depozice ($10^6 \text{ nm}^3/\text{s}$)	Proud svazku (pA)	Čas depozice (s)	Výška profilu (nm)	Rychlost depozice ($10^6 \text{ nm}^3/\text{s}$)
10	435,0	neměřeno		150	27,7	104 ± 3	$15,1 \pm 0,5$
20	212,0	neměřeno		160	27,2	99 ± 4	$15,0 \pm 0,6$
30	145,0	neměřeno		170	25,0	92 ± 4	$14,8 \pm 0,6$
40	103,0	384 ± 5	$13,7 \pm 0,2$	180	24,2	85 ± 4	$14,1 \pm 0,6$
50	81,0	308 ± 4	$15,2 \pm 0,2$	200	21,8	$54,8 \pm 1,0$	$10,1 \pm 0,2$
60	69,0	259 ± 4	$15,0 \pm 0,2$	300	14,2	$36,9 \pm 1,2$	$10,4 \pm 0,3$
70	62,0	223 ± 3	$14,4 \pm 0,2$	400	10,9	$25,8 \pm 0,7$	$9,5 \pm 0,3$
80	53,1	195 ± 3	$14,7 \pm 0,2$	500	8,3	$20,1 \pm 0,6$	$9,7 \pm 0,3$
90	43,3	173 ± 3	$14,3 \pm 0,3$	600	6,8	$16,4 \pm 0,5$	$9,7 \pm 0,3$
100	43,5	154 ± 3	$14,1 \pm 0,3$	700	5,9	$12,8 \pm 0,2$	$8,63 \pm 0,13$
110	38,6	145 ± 3	$15,0 \pm 0,3$	800	5,4	$10,9 \pm 0,7$	$8,0 \pm 0,5$
120	36,3	127 ± 3	$14,0 \pm 0,3$	900	4,7	$9,0 \pm 0,3$	$7,6 \pm 0,3$
130	31,9	122 ± 3	$15,2 \pm 0,4$	1000	4,4	$8,3 \pm 0,2$	$7,63 \pm 0,18$
140	29,0	115 ± 2	$15,9 \pm 0,3$				

4.2. NANÁŠENÍ PLATINY ELEKTRONOVÝM SVAZKEM

Z tabulky lze také pozorovat, že nejistoty měřených výšek se zmenšují s výškou struktury. To je způsobeno díky přesnějšímu měření AFM mikroskopu, kdy skener mikroskopu nemusí skokově najíždět na vysoké struktury. Rychlost objemové depozice při proudu 200 pA výrazně klesá (obrázek 4.3a). Tento jev je způsoben tím, že ionty při vysokých proudech materiál nejen deponují, ale dochází i k odprašování. Pro nízké proudy (40 pA až 180 pA) je rychlost téměř neměnná (obrázek 4.3b). Pro pozdější nanášení platiny na hrot je zvolena hodnota rychlosti objemové depozice $(15,0 \pm 0,2) \cdot 10^6 \text{ nm}^3/\text{s}$ při 60 pA. Hodnota byla zvolena kvůli vysoké nanášecí rychlosti a malému intervalu nejistoty.



Obrázek 4.3: Závislost rychlosti objemové depozice na proudu iontového svazku včetně intervalů nejistoty. (a) 30 pA až 1000 pA. (b) Detail maxima této závislosti.

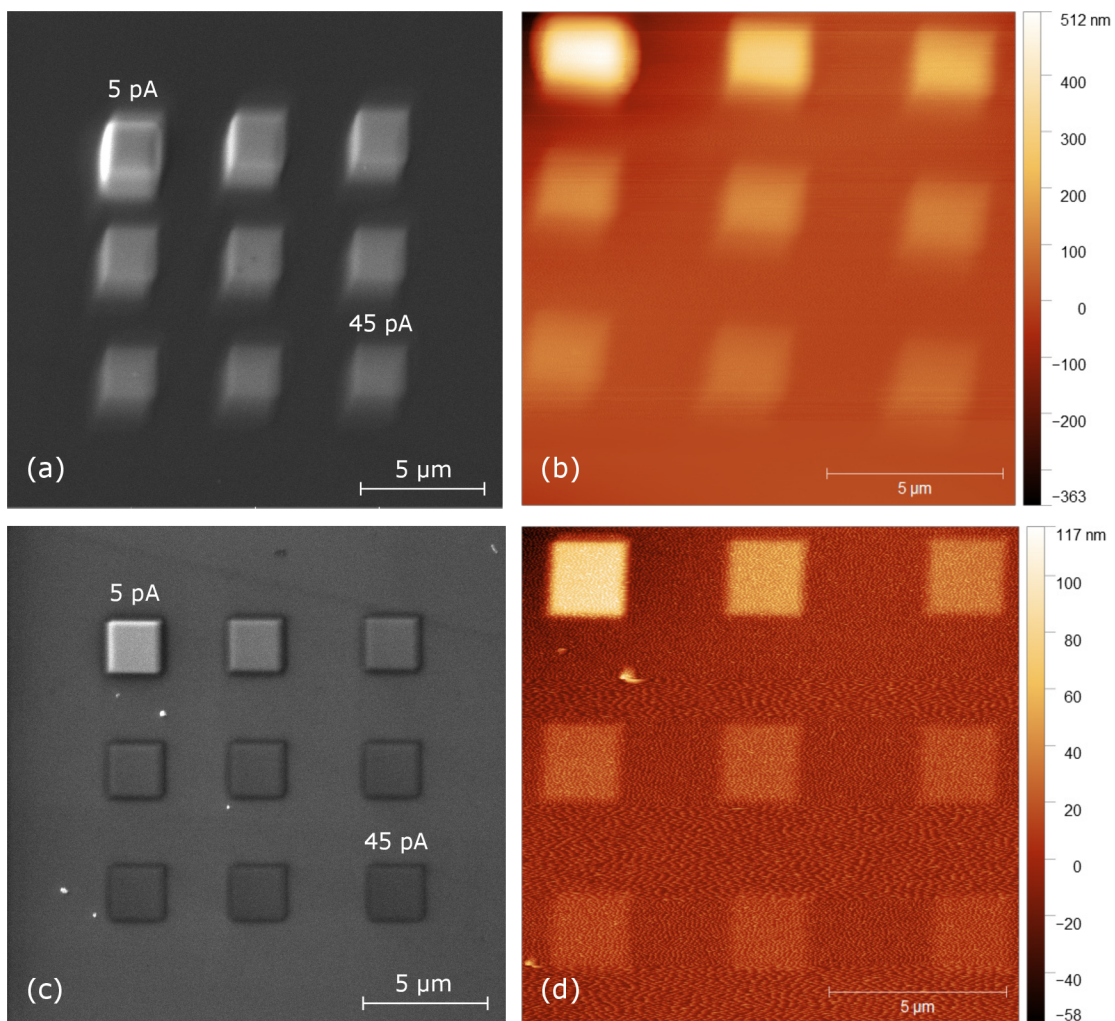
4.2. Nanášení platiny elektronovým svazkem

Nanášení je také možné provádět za použití elektronového svazku a to metodou FEBID. Depozice je opět prováděna na mikroskopu LYRA. Podmínky pro depozici zůstaly stejné jako pro depozici iontovým svazkem (stopa svazku 50 nm, $dwelt\ time\ t_d = 0,2 \mu\text{s}$ a rozteč $d = 1$). Oproti předchozí metodě je zde kromě závislosti rychlosti objemové depozice na proudu svazku proměřena také závislost na energii elektronového svazku. Bylo použito napětí na zdroji elektronů v rozmezí od 1 kV do 3,5 kV (obrázek 4.4). Pro každé napětí byla zjištěna závislost rychlosti objemové depozice na proudu svazku v rozmezí od 5 pA do 45 pA. Deponovány byly opět čtverečky s plochou $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$ a nastavenou požadovanou výškou 100 nm.

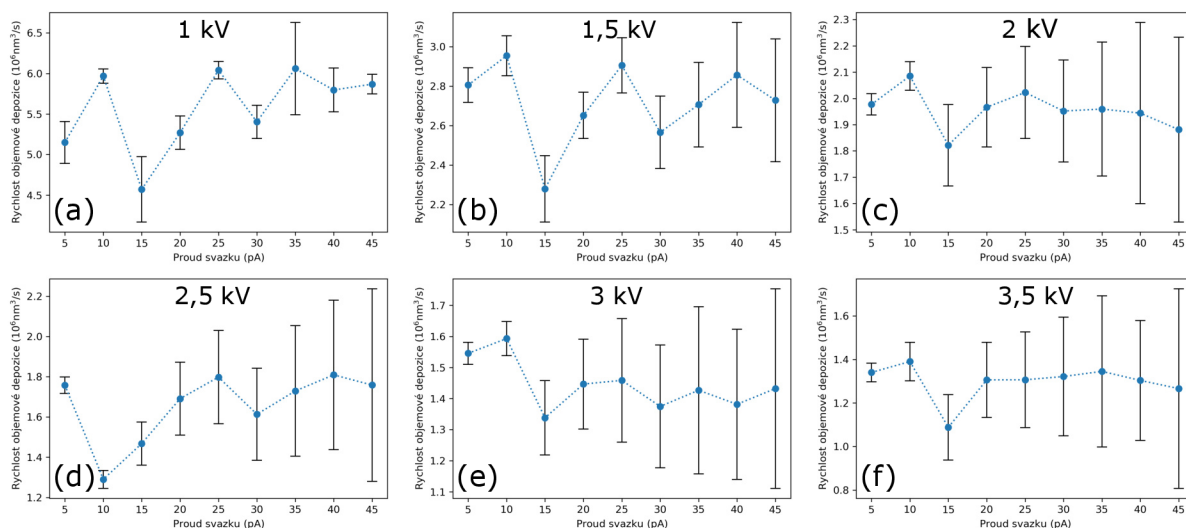
Lze pozorovat, že pro depozici s nízkým napětím na zdroji jsou struktury rozmazané (obrázek 4.4a, b), což je způsobené obtížným zaostřením elektronového svazku. A naopak pro vyšší napětí už jsou tyto struktury poměrně ostré (obrázek 4.4c, d). Skutečná výška struktur byla zjištěna měřením na AFM mikroskopu a podobně jako v předchozí části byla výška určena přes výškové profily podél křivky. Rychlosti objemové depozice na daném intervalu proudu elektronového svazku pro různá urychlovací napětí zdroje nijak nezávisí (obrázek 4.3a-f). V mnoha případech byly struktury deponované při 45 pA tak malé, že interval nejistoty byl větší než samotná struktura, což je způsobeno nastavením vazby při AFM měření. Proto lze pozorovat velké intervaly nejistoty s rostoucím proudem.

Rychlost objemové depozice ovšem závisí na urychlovacím napětí elektronového zdroje (obrázek 4.6). Ze závislosti lze vidět, že rychlost je tím menší čím je větší urychlovací napětí, což je shodné s již dříve publikovanými pracemi [27]. Pro rychlejší depozici je proto

4. DEPOZICE VODIVÉ VRSTVY NA HROT



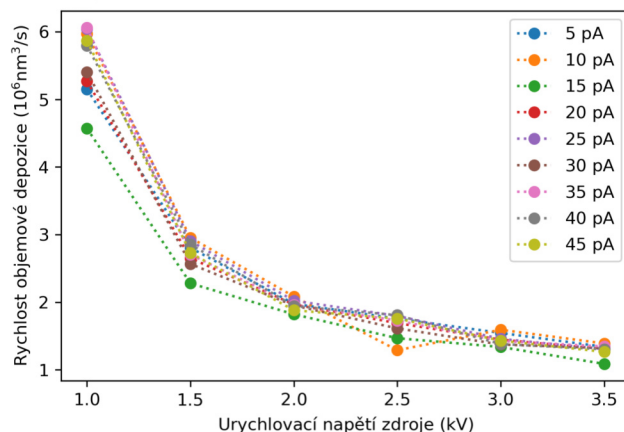
Obrázek 4.4: Porovnání závislosti napětí zdroje na tvaru, pro rozmezí proudu od 5 pA do 45 pA. (a, c) Obrázek z elektronového mikroskopu a (b, d) datový obrázek z AFM mikroskopu při depozičním urychlovacím napětí zdroje (a, b) 1 kV a (c, d) 3,5 kV.



Obrázek 4.5: Závislost rychlosti objemové depozice na proudu elektronového svazku včetně intervalů nejistoty pro urychlovací napětí (a) 1 kV až (f) 3,5 kV.

4.3. ÚPRAVA HROTU - STARÉ SONDY

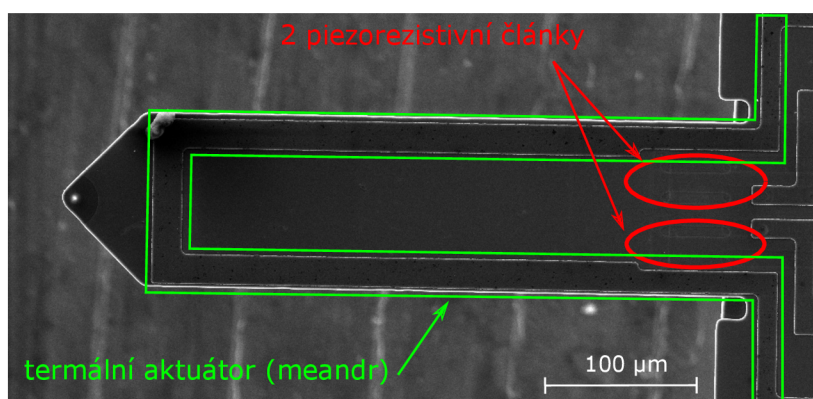
vhodné využít nízkých urychlovacích napětí za cenu neostrých struktur. Pro preciznější nanášení je vhodnější zvolit vyšší urychlovací napětí za cenu delšího expozičního času.



Obrázek 4.6: Závislost rychlosti objemové depozice na urychlovacím napětí zdroje elektronů v rozmezí proudu svazku od 5 pA do 45 pA.

4.3. Úprava hrotu - staré sondy

Známe-li depoziční rychlosti platiny, tak lze přistoupit k úpravě samotné sondy. K modifikaci jsou použity piezorezistivní sondy s termálním aktuátorem (PRSA, *Piezo-Resistive Sensing & Active*) od firmy SCL (obrázek 4.7). Sondu lze pomocí termálního aktuátoru (meandru) rozkmitávat, nicméně pro měření CAFM (kontaktní režim), rozkmitávání není potřeba. Tento aktuátor bude tedy použit jako vodivý kontakt, který by měl vést měřený proud od vzorku. Na hrot sondy je nanášena vrstva platiny, která je poté vodivě spojena s aktuátorem. K povrstvení hrotu je využito metody FIBID, neboť při nanášení iontovým svazkem je deposit i promíchán s podkladem a vrstva tak lépe drží. Je použito proudu svazku 60 pA, přičemž všechny parametry depozice zůstávají stejné jako v sekci 4.1. Na hrot jsou nadeponovány vrstvy s dvěma různými půdorysy - kruhový a čtvercový.

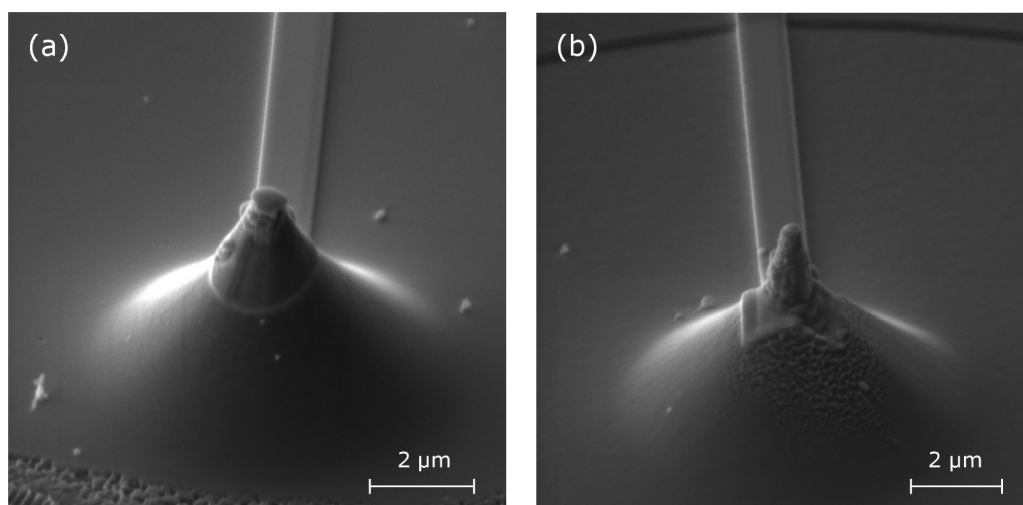


Obrázek 4.7: Sonda použita pro úpravu se znázorněnými piezorezistivními články a termálním aktuátorem.

V případě kruhového půdorysu je nanášena vrstva o poloměru $1 \mu\text{m}$ a tloušťky 50 nm, což odpovídá depozičnímu času 10,5 s (obrázek 4.8a). Čtvercový půdorys nanášené vrstvy má délku strany $2 \mu\text{m}$ a tloušťku také 50 nm, což odpovídá depozičnímu času 13,3 s (ob-

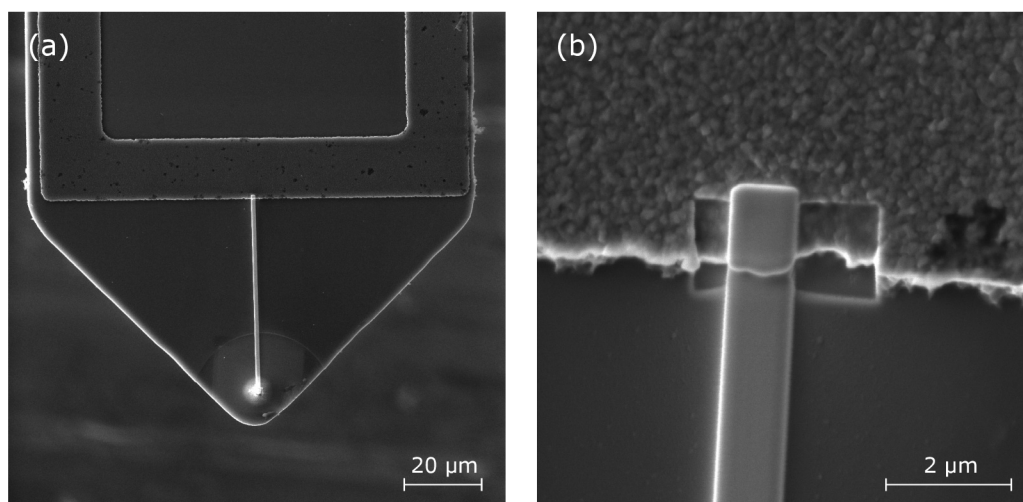
4. DEPOZICE VODIVÉ VRSTVY NA HROT

rázek 4.8b). V případě kruhového půdorysu si lze povšimnout, že při depozici vzniká na hrotu plošinka, která zvětšuje vrcholový poloměr hrotu. Tento jev je zapříčiněn způsobem nanášení depozitu platiny, kdy iontový svazek přejíždí na hrotu po spirále (od kraje do středu kruhu). To způsobuje zhuštění depozitu a vytvoření plošinky na hrotu, což by vedlo k horšímu rozlišení mikroskopu. U čtvercového nanášení tento jev nepozorujeme, neboť svazek rastruje metodou *zig-zag* (přejíždění zleva doprava od shora až dolů). Hrot se čtvercovou vrstvou byl navíc před depozicí ostřen iontovým svazkem za účelem snížení vrcholového poloměru. U obou depozic si lze povšimnout nedokonalosti v podobě nesymetrického nanášení. Sloučeniny přiváděné kapilárami z GIS na hrot jsou vstřikovány ze strany druhé než hrot pozorujeme na obrázku 4.8. To vede k tomu, že se nedostane tolik prekurzoru na stranu odlehlou od GIS a tato strana má na svém povrchu méně depozitu.



Obrázek 4.8: Hroty povrstvené platinovým depozitem. (a) Kruhový půdorys a (b) čtvercový půdorys.

Vrstva na hrotu, jak kruhová, tak čtvercová, je poté vodivě spojená s termálním aktuátorem (meandrem). To je provedeno také platinovým depozitem a cestička má plochu $(50 \times 1) \mu\text{m}^2$ a tloušťku 200 nm (obrázek 4.9a). Depoziční doba takovéto struktury je 666,6 s. Na straně termálního aktuátoru je potřeba meandr lehce odprášit, neboť je to



Obrázek 4.9: (a) Napojení na termální aktuátor. (b) Detail napojení.

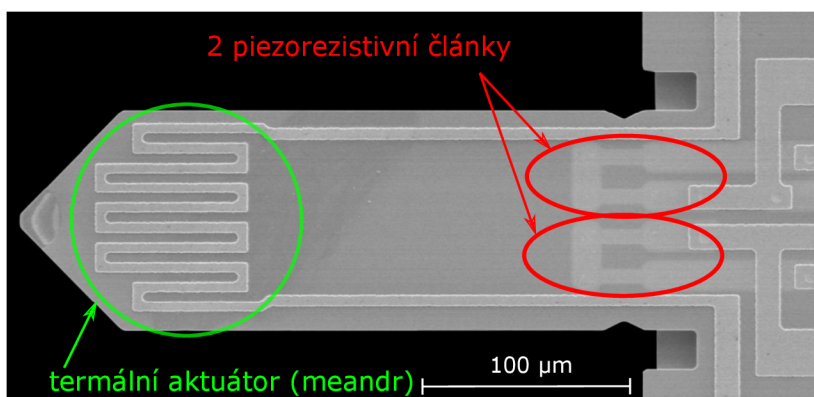
4.4. ÚPRAVA HROTU - NOVÉ SONDY

vrstva hliníku, která na vzduchu velice rychle oxiduje a vodivé spojení s hrotem by tak nemuselo být zajištěno (obrázek 4.9b).

Při takovéto úpravě použitých sond je odpor mezi Wheatstoneovým můstkem a meandrem $R_{WH} = (58 \pm 5) \text{ M}\Omega$. Tato hodnota odporu je zhruba polovina hodnoty požadované a je nutno tuto sondu upravit a pokusit se zvýšit tento odpor.

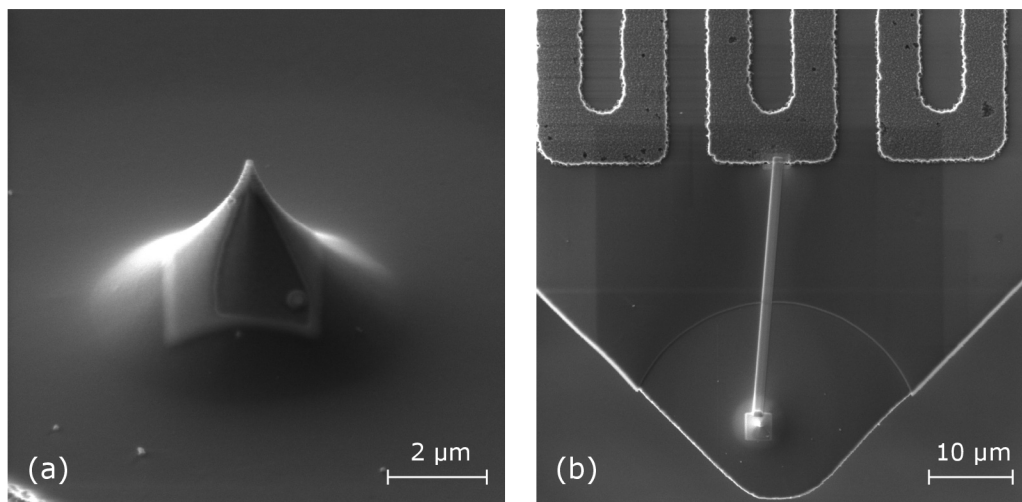
4.4. Úprava hrotu - nové sondy

Existují ovšem novější sondy od firmy SCL, které mají odpor $R_{WH} = (382 \pm 17) \text{ M}\Omega$. Tyto sondy mají na první pohled rozdílný pouze tvar termálního aktuátoru - meandru (obrázek 4.10). Pravděpodobně mají tyto sondy jiný výrobní proces, a proto je i ovlivnění můstku od meandru nižší. Sondy by tedy podle předpokladu (odpor $R_{WH} \geq 100 \text{ M}\Omega$) stačilo jen upravit (nanesení depozitu na hrot) a měly by být použitelné pro měření CAFM.



Obrázek 4.10: Novější sonda použita pro úpravu se znázorněnými piezorezistivními články a termálním aktuátorem.

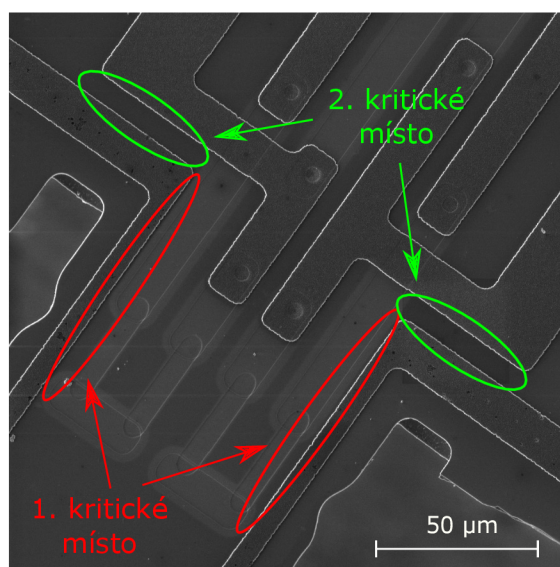
Sondy tohoto typu jsou opět upraveny pomocí metody FIBID za proudu svazku 60 pA. Vytvořeny jsou sondy s 50 nm tloušťkou vrstvy na hrotu a obsahem půdorysu $(3 \times 3) \mu\text{m}^2$ (obrázek 4.11a). Hrot je poté opět spojen vodivě depozitem platiny k meandru (obrázek 4.11b).



Obrázek 4.11: (a) Depozit platiny na hrotu a (b) napojení na meandr novější sondy.

5. Zvětšování odporu R_{WH}

Jedním ze způsobů vylepšení sond je zvětšení problematického odporu R_{WH} . Z tohoto důvodu je potřeba najít kritická místa na sondě, kterými by mohl proud ovlivňující můstek téct. S velkou pravděpodobností to jsou místa, kde je vzdálenost mezi Wheatstoneovým můstkem a meandrem nejmenší (obrázek 5.1). Tyto místa je potřeba upravit a zvýšit tak odpor R_{WH} . Nejjednodušší možností je zvětšit tuto vzdálenost. Toho by mohlo jít dosáhnout tak, že pomocí FIB bude odprášena díra a tím i zvětšena vzdálenost. K tomuto účelu byl využit opět mikroskop LYRA od společnosti Tescan.



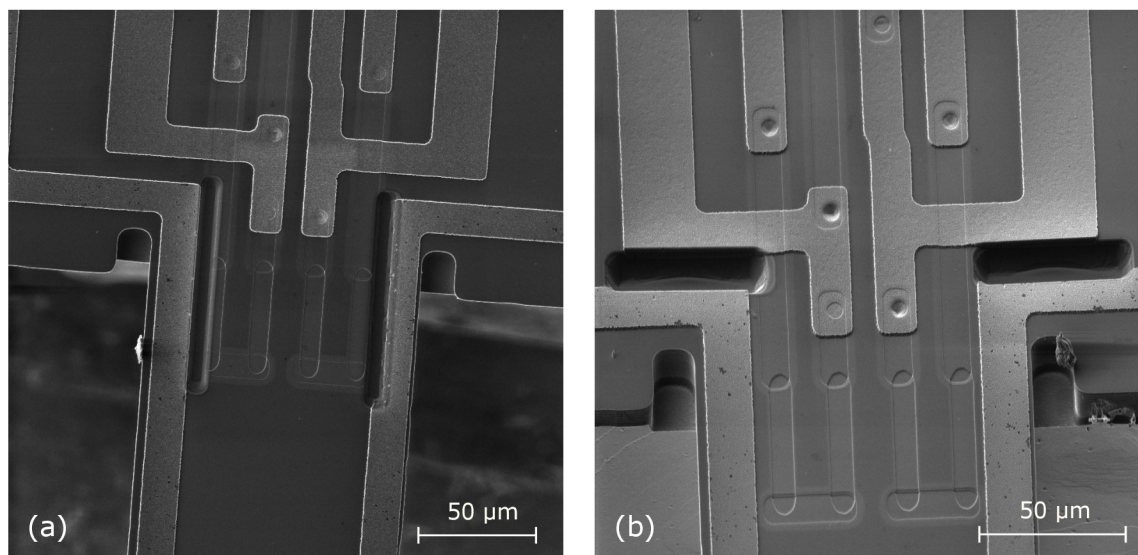
Obrázek 5.1: Kritická místa (místa s nejmenší vzdáleností mezi Wheatstoneovým můstkem a meandrem).

5.1. Úprava galiovým iontovým svazkem

Pomocí galiového iontového svazku lze vytvořit při vysokých proudech svazku (600 pA) rychle požadovanou díru. Jsou upraveny dvě starší sondy s odporem $R_{WH} = (58 \pm 5) \text{ M}\Omega$. Je tak provedeno za účelem porovnání, které místo má větší vliv na ovlivňování detekčního můstku. Díry jsou vždy dělány symetricky kvůli zachování symetrických vlastností sondy. První sonda má vytvořené díry vertikální (1. kritické místo) - sonda A, které jsou odprášeny mezi deponovaným hliníkovým meandrem a piezorezistivním článkem (obrázek 5.2a). Druhá sonda má díry horizontální (2. kritické místo) - sonda B, které jsou vytvořeny mezi vodivým meandrem a kontaktem, který je napojen na piezorezistivní článek (obrázek 5.2b). V obou případech si lze povšimnout, že při oprášování došlo k poškození piezorezistivních článků. Sonda by i přes toto poškození měla být použitelná, protože článek není přerušen úplně a je zde stále zajištěn vodivý kontakt potřebný pro měření deformace.

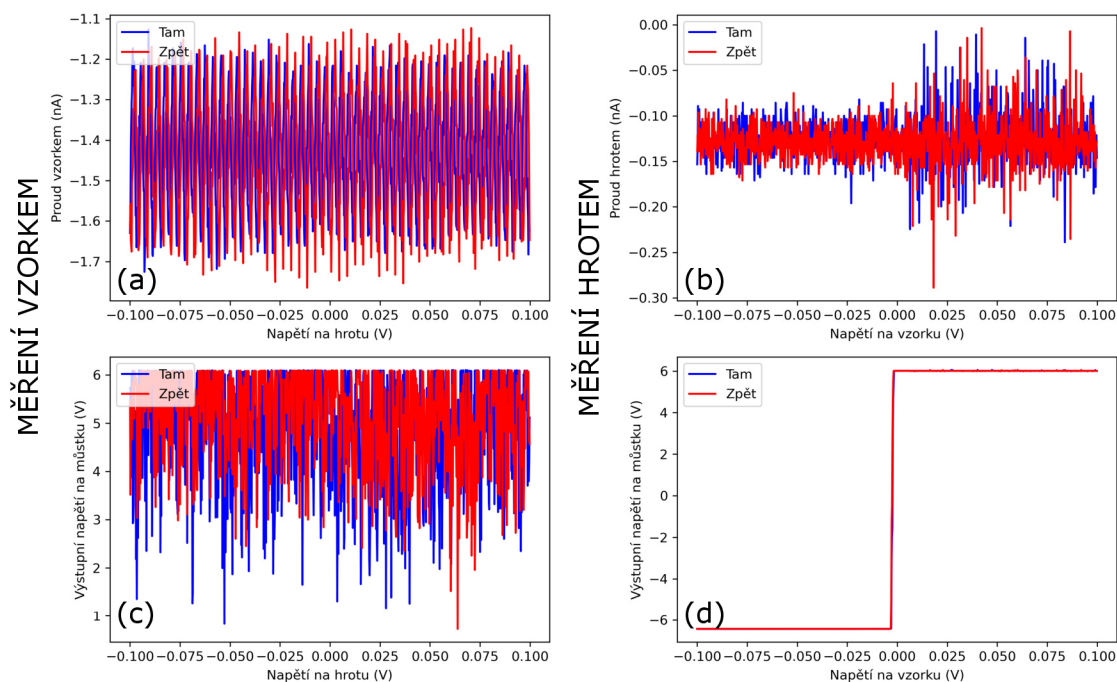
Po úpravě byl naměřen odpor mezi Wheatstoneovým můstkem a meandrem u sondy A $R_{WH} = (1,46 \pm 0,05) \text{ M}\Omega$. V případě sondy B je odpor $R_{WH} = (1,15 \pm 0,06) \text{ M}\Omega$. To znamená, že původní odpor, který byl $R_{WH} = (58 \pm 5) \text{ M}\Omega$, se po úpravě snížil přibližně padesátkrát. Nejpravděpodobnějším důvodem je odprášování děr v sondách pomocí ga-

5.1. ÚPRAVA GALIOVÝM IONTOVÝM SVAZKEM



Obrázek 5.2: Upravené sondy pomocí galiového iontového svazku se dvěma různými děrami. (a) Vertikální díra mezi meandrem a piezorestivním článkem - sonda A. (b) Horizontální díra mezi meandrem a kontaktem spojující piezorestivní článek - sonda B.

liového FIB, u kterého dochází k ulpívání iontů v křemíkové sondě. Konkrétně došlo k vodivému spojení Wheatstoneova můstku a meandru. Sonda je tedy pro vodivostní měření nepoužitelná. Lze si tuto hypotézu ověřit na samotném SPM mikroskopu proměřením závislosti proudu na elektrickém napětí na sondě či vzorku (obrázek 5.3a, b). Společně se závislosti proudu lze získat i závislost ovlivnění můstku (obrázek 5.3c, d).



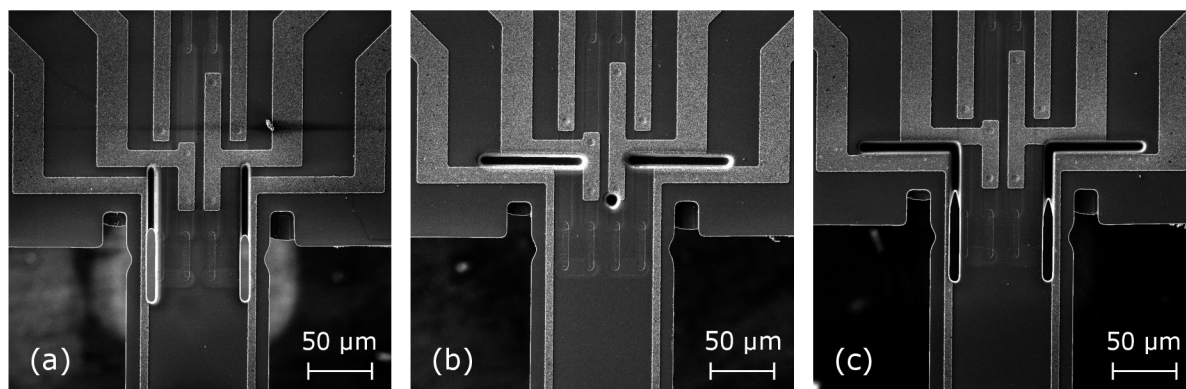
Obrázek 5.3: Charakteristické závislosti sondy upravené galiovým FIB. Rozsah napětí na zdroji je od -100 mV do 100 mV. (a) Závislost proudu a (c) výstupního napětí na Wheatstoneovém můstku na napětí na hrotu (měření proudu vzorkem). (b) Závislost proudu a (d) výstupního napětí na Wheatstoneovém můstku na napětí na vzorku (měření proudu hrotem).

V prvním grafu (obrázek 5.3a) lze vidět, že je-li měněno elektrické napětí na hrotu (měření proudu vzorkem), proud je neovlivněn a skáče od $-1,7$ nA do $-1,1$ nA. V ideálním případě by měl proud v určité oblasti záviset lineárně na elektrickém napětí na zdroji. Ovlivnění detekce na můstku (obrázek 5.3c) je poměrně velké, což vede ke špatné detekci a může vést až k poničení samotné sondy či vzorku. Proud tedy z *biasu* teče jak do detekčního můstku, tak do ampérmetru a nijak se nemění se změnou elektrického napětí na *biasu*. V případě měření proudu hrotem je proud téměř konstantní na celém měřeném rozsahu napětí *biasu* (obrázek 5.3b). Ovlivnění detekce na můstku je horší, neboť výstupní napětí v určitém místě přeskočí z -6 V na 6 V. Sonda tedy při průhybu směrem od vzorku může přeskočit skokově ke vzorku a téměř určitě dojde k poškození vzorku či sondy. Z tohoto měření lze vidět, že proud ze zdroje teče převážně do Wheatstoneova můstku místo do ampérmetru.

Sondy tedy nelze upravovat galiovým FIB, neboť téměř jistě dojde ke zničení v podobě spojení meandru s detekčním můstkem. Problém galiového FIB by mohlo vyřešit použití tzv. Plasma FIB, který využívá ionty xenonu. Tyto ionty nejsou do materiálu implementovány tak moc jako ionty galiové a nemělo by ke stejnému efektu dojít.

5.2. Úprava xenonovým iontovým svazkem

Úprava pomocí xenonového iontového svazku probíhala obdobně jako při použití galiového iontového svazku. K modifikaci byly použity novější sondy, které mají odpor $R_{WH} = (382 \pm 17) \text{ M}\Omega$. Tentokrát byly upraveny sondy tři¹. První s vertikálními děrami - sonda A (obrázek 5.4a), druhá s horizontálními děrami - sonda B (obrázek 5.4b) a poslední spojením obou děr - sonda C (obrázek 5.4c). U sondy B došlo k úplnému přerušení piezorezistivního článku a sonda je pro měření nepoužitelná. Ostatní sondy mají také narušený vodivý kontakt, ale na funkčnost sondy by to nemělo mít vliv.



Obrázek 5.4: Upravené sondy pomocí xenonového iontového svazku se třemi různými děrami. (a) Vertikální díra mezi meandrem a piezorezistivním článkem - sonda A. (b) Horizontální díra mezi meandrem a kontaktem spojující piezorezistivní článek - sonda B. (c) Spojení obou předchozích děr - sonda C.

Po úpravě je odpor sondy A $R_{WH} = 20 \text{ M}\Omega$, sondy B $R_{WH} = 40 \text{ M}\Omega$ a sondy C $R_{WH} = 18 \text{ M}\Omega$. I za použití xenonového iontového svazku se nepodařilo odpor R_{WH} zvětšit a došlo k téměř dvacetinásobnému zmenšení. U sondy B je odpor největší, což je

¹Úpravu provedl Ing. Mgr. Tomáš Šamořil, Ph.D.

5.2. ÚPRAVA XENONOVÝM IONTOVÝM SVAZKEM

zapříčiněno přerušením piezorezistivního článku, kdy je přerušen vodivý kontakt a odpor se tak zvětšil v porovnání s ostatními. Sondy jsou zřejmě vyráběny s izolační vrstvou, která zabraňuje ovlivňování detekce. Při úpravě dojde k porušení oxidové vrstvy a zmenšení odporu.

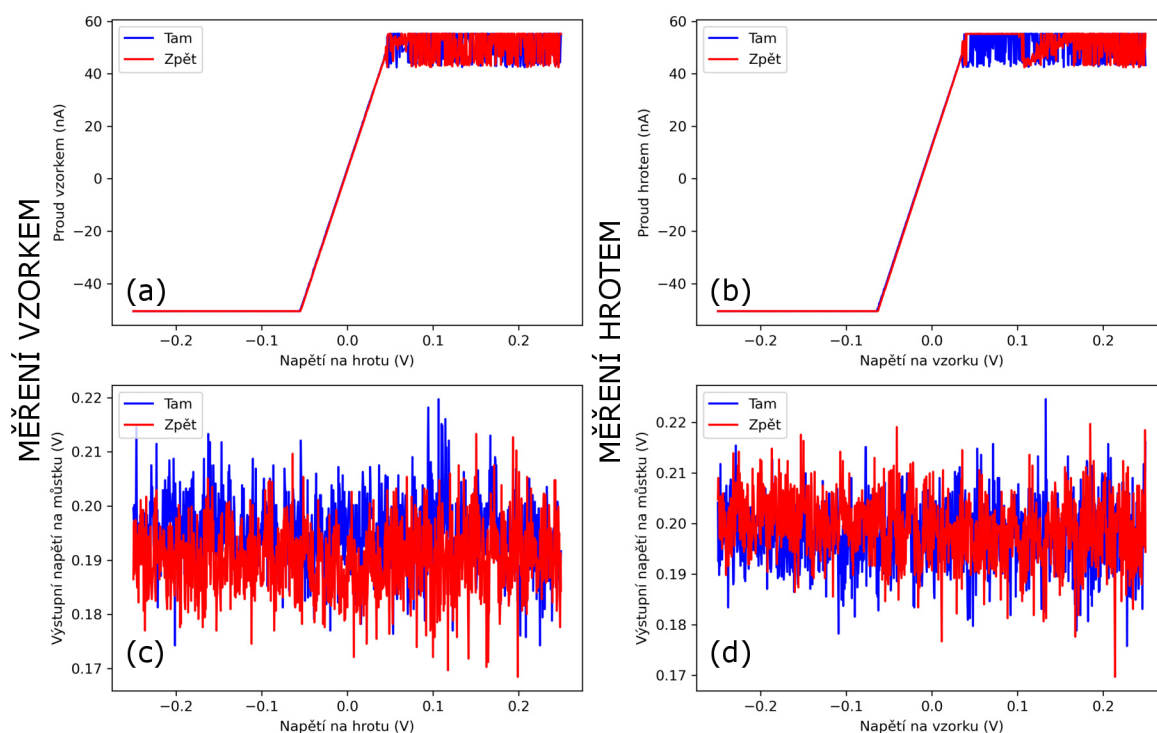
Po úpravách jak galiovým FIB tak xenonovým FIB se nepodařilo odpor R_{WH} zvětšit a dále bylo pokračováno s novými sondami, které mají odpor $R_{WH} = (382 \pm 17) \text{ M}\Omega$.

6. Měření CAFM

U sond, které mají požadovaný odpor $R_{WH} > 100 \text{ M}\Omega$, lze po upravě hrotu a vodičném napojení na meandr měřit CAFM. Při každém měření je potřeba zjistit závislost proudu, který teče mezi hrotem a vzorkem, na elektrickém napětí na *biasu*. Toto měření je prováděno na mikroskopu *LiteScope* společně se závislostí ovlivnění výstupního napětí Wheatstoneova můstku *biasem*. Hodnotu napětí na *biasu* je potřeba volit tak, aby nedocházelo k saturaci ampérmetru, která je $\pm 50 \text{ nA}$. Také je potřeba u měření proudu hrotem zkontrolovat správnost hodnot s druhou metodou (měření proudu vzorkem), u které víme, že hodnoty jsou správné. Všechna měření CAFM jsou prováděna na vzduchu.

6.1. První měření proudu hrotem

Sondy s větším odporem R_{WH} mají pouze platinovou vrstvu na hrotu, která je spojená vodič s meandrem. Charakteristické závislosti u těchto sond mají průběh potřebný pro měření vodivostního AFM (obrázek 6.1). Závislosti proudu na napětí na hrotu či vzorku jsou ve střední části rozsahu napětí lineární (obrázek 6.1a, b). Měřený proud při nižších hodnotách napětí je konstantní, což je způsobeno dolní saturací ampérmetru. U větších hodnot napětí dochází k horní saturaci ampérmetru, přičemž měřený proud není konstantní, ale osciluje. Tento jev je způsoben zapojením karet převodníků v mikroskopu *LiteScope*, která takto reaguje na horní saturaci, a lze tuto část v grafu považovat za saturevanou. V pří-



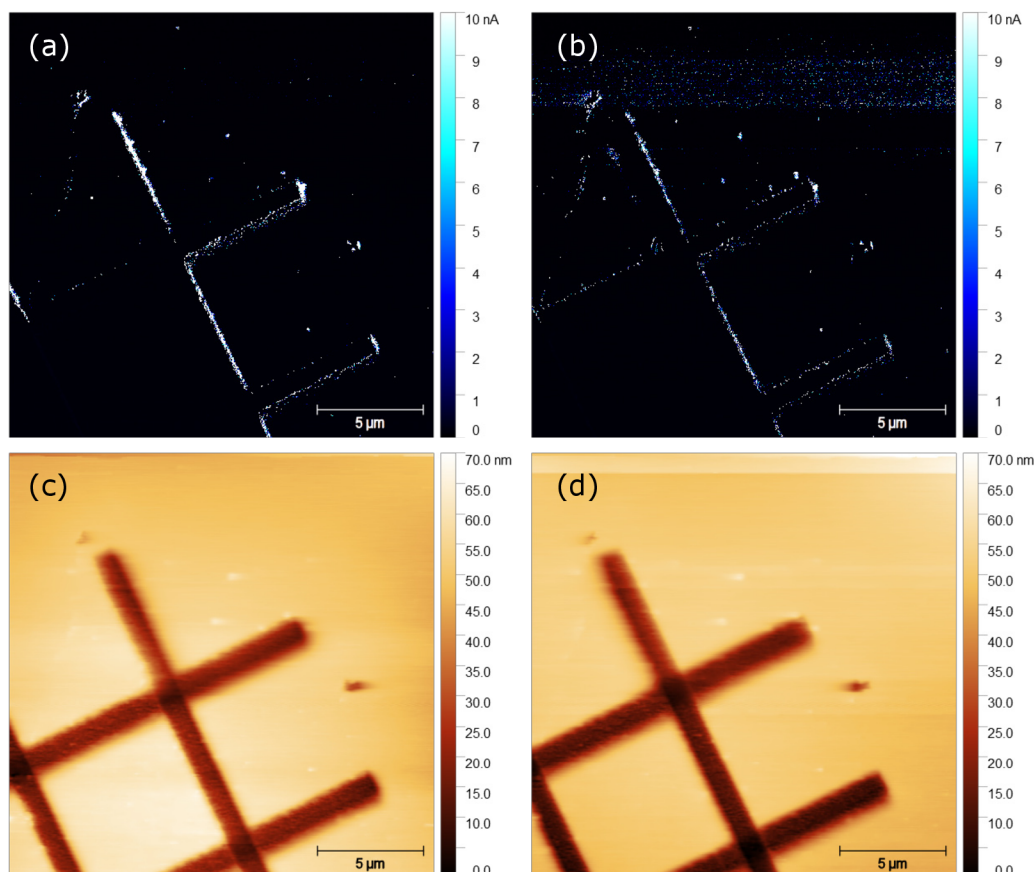
Obrázek 6.1: Charakteristické závislosti nových sond s odporem $R_{WH} = (382 \pm 17) \text{ M}\Omega$. Rozsah napětí na zdroji je od -300 mV do 300 mV . (a) Závislost proudu a (c) výstupního napětí na Wheatstoneovém můstku na napětí na hrotu (měření proudu vzorkem). (b) Závislost proudu a (d) výstupního napětí na Wheatstoneovém můstku na napětí na vzorku (měření proudu hrotem).

6.1. PRVNÍ MĚŘENÍ PROUDU HROTEM

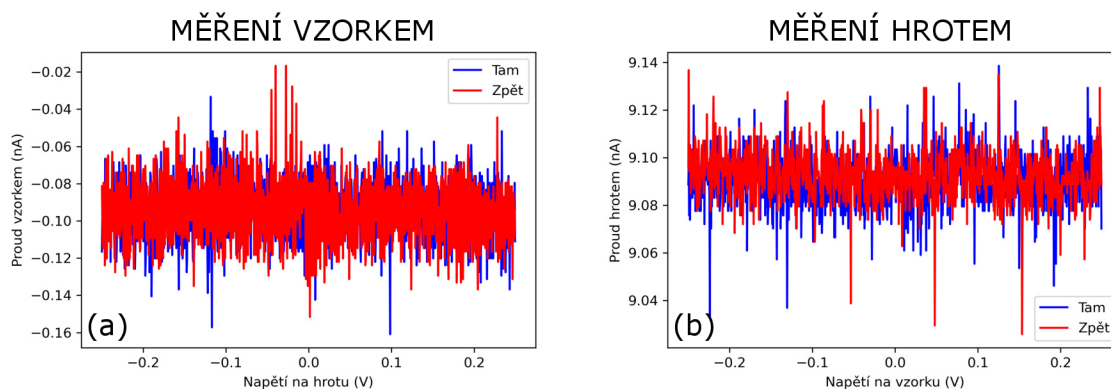
padě ovlivnění můstku tekoucím proudem lze u obou metod pozorovat oscilaci kolem konstantní hodnoty v rozmezí od 0,17 V do 0,22 V (obrázek 6.1c, d). Nejistota v měření detekce je tedy v řádu setin voltů, což je zanedbatelné.

Měřený vzorek je silikonová destička s oxidovou vrstvou, na kterou je nadeponována vrstva zlata. Do zlata jsou odprášené mřížky pomocí iontového svazku. Při měření lokálního proudu tohoto vzorku by mělo být změřeno, že okolo mřížky je vzorek vodivý a uvnitř je izolován a tedy nevodivý. Pro samotné rastrování je zvoleno napětí na vzorku $U_Z = 0,02 \text{ V}$ a pole $(20 \times 20) \mu\text{m}^2$. Měření je prováděno v režimu konstantní síly a v případě detekce Wheatstoneova můstku na mikroskopu *LiteScope* není referenční síla v jednotkách Newtonů, ale ve voltech, které reprezentují referenční hodnotu výstupního napětí můstku. V tomto měření je použita referenční hodnota výstupního napětí 0,22 V. Rastrování je prováděno metodou *top-down* (skener přejíždí po vzorku zleva doprava od shora dolů). Při měření proudu i topografie jsou zaznamenány vždy dva datové obrázky pro každý signál. Jeden, když skener přejíždí doprava a druhý, když se vrací zpět doleva.

Proud změřený hrotem při rastrování doprava (obrázek 6.2a) je znatelný pouze na hranách mřížky (hranová vodivost). Při rastrování doleva (obrázek 6.2b) je v horní části jemně viditelná i plošná vodivost. Nicméně úplná špička hrotu při rastrování je opotřebovaná a je poté viditelná jen hranová vodivost. To, že lze při rastrování doleva vidět plošnou vodivost, je způsobené nesymetrickým nanášením vodivé vrstvy na hrot. Strana méně povrstvená směřuje vždy na pravou stranu CAFM obrázku a způsobuje nesymetrické data při pře-



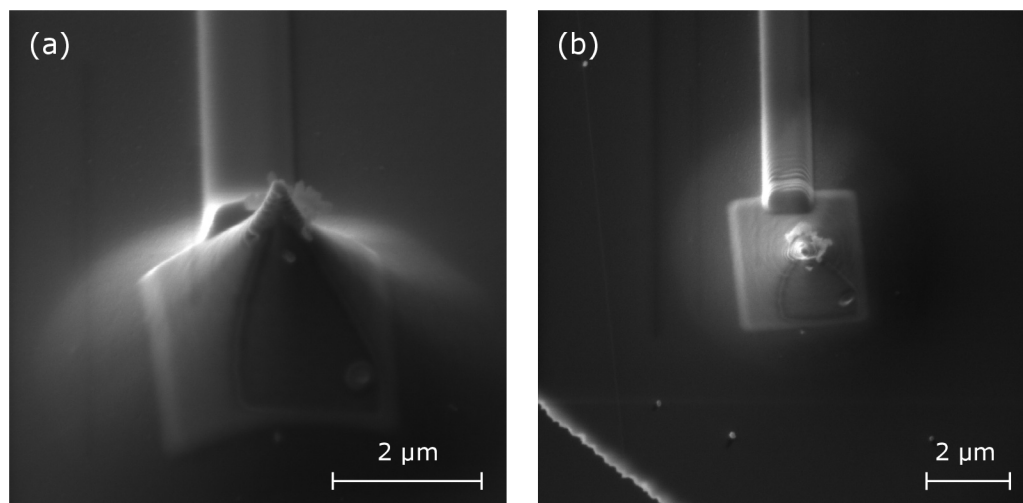
Obrázek 6.2: První měření CAFM při napětí na vzorku a měření proudu hrotem. (a) Měřený proud při rastrování doprava a (b) doleva. (c) Topografie při rastrování doprava a (d) doleva.



Obrázek 6.3: Závislosti proudu na napětí (a) na hrotu a (b) vzorku po rastrování.

jíždění doprava a doleva. Ovšem vodivá a nevodivá místa vzorku byla změřena podle základního předpokladů. Topografické datové obrázky jsou stejné a nesymetrická vodivá vrstva nemá na měření výškového profilu vliv (obrázek 6.2c, d).

Po rastrování je opět provedeno měření závislosti proudu na elektrickém napětí na hrotu či vzorku. Obě tyto závislosti po rastrování už nejsou lineární v oblasti, ve které před měřením byly. Hodnota proudu osciluje kolem konstantní hodnoty a na elektrickém napětí na hrotu či vzorku nijak nezávisí (obrázek 6.3). Došlo tedy k sedření vodivé vrstvy ze samotné špičky hrotu a mezi vodivým místem na vzorku a hrotem není vodivý kontakt. Při rastrování by byl měřen pouze proud na hranách vzorku, neboť na stranách hrotu vodivá vrstva stále je. Na obrázcích z elektronového mikroskopu není pozorováno žádné větší poškození hrotu (obrázek 6.4). Na hrot se pouze přichytily nečistoty, které by neměly mít vliv při měření, neboť nejsou přichyceny na samotném vrcholu hrotu.

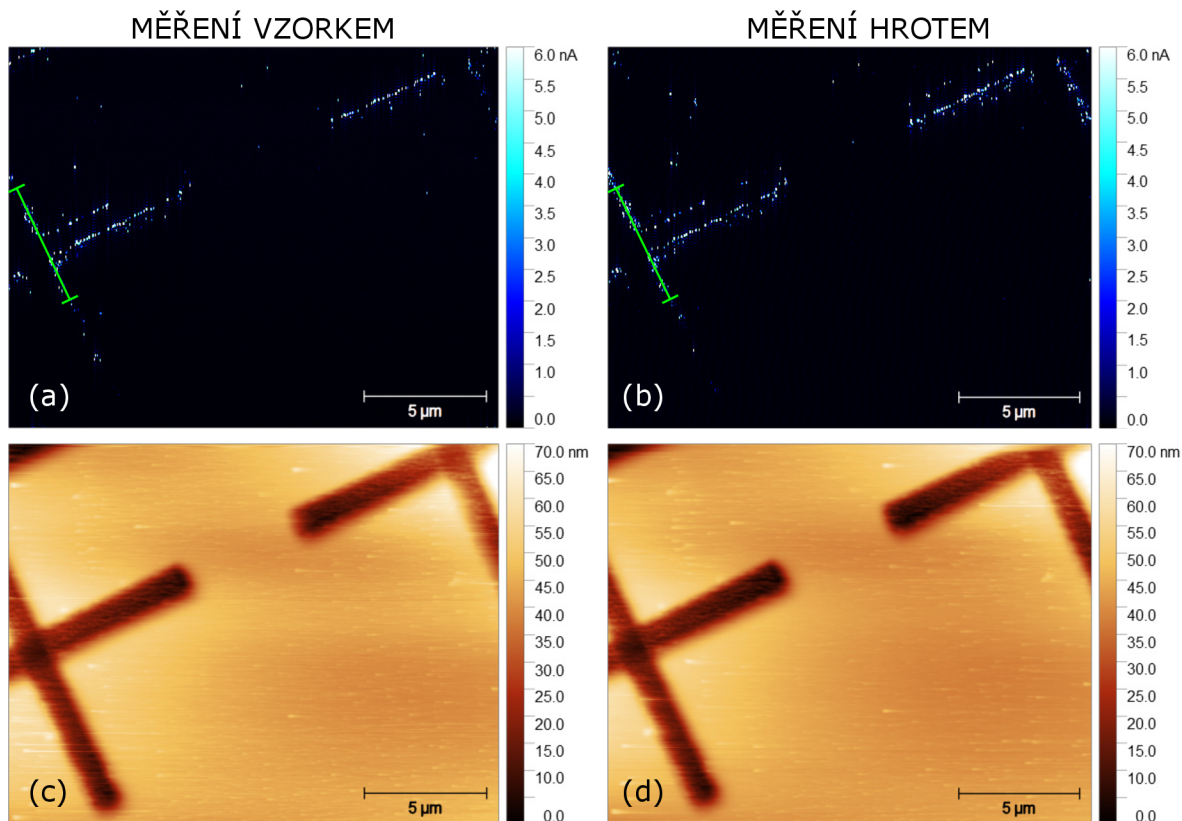


Obrázek 6.4: (a) Hrot po rastrování s (b) kolmým pohledem.

6.2. Porovnání dvou způsobů měření CAFM

Aby byla metoda měření hrotem použitelná, je potřeba zjistit správnost změřených hodnot a experimentálně otestovat, že napětí na *biasu* či měřený proud neovlivňují výstupní napětí na detekčním můstku. U metody měření proudu vzorkem se ví, že hodnoty mají fyzikální

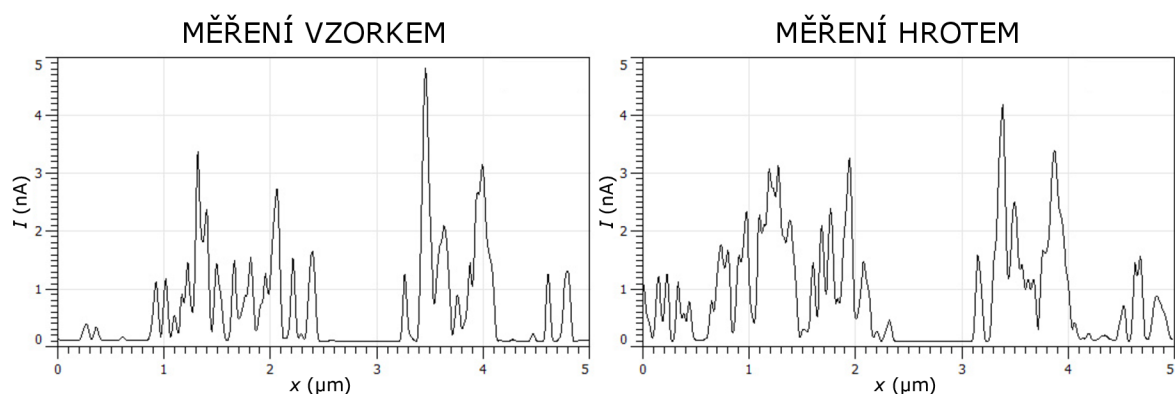
6.2. POROVNÁNÍ DVOU ZPŮSOBŮ MĚŘENÍ CAFM



Obrázek 6.5: Měření CAFM oběma metodami. (a) Měřený proud s (c) topografií při měření proudu vzorkem. (b) Měřený proud s (d) topografií při měření proudu hrotem. Zvýrazněna úsečka (zelená křivka) pro porovnání změřených hodnot proudu obou metod.

význam a jsou správné. Je tedy potřeba provést měření CAFM oběma způsoby a data porovnat.

Jsou provedeny obě tyto měření s použitým elektrickým napětím na zdroji $U_Z = 0,02 \text{ V}$, rastrovanou plochou $(20 \times 15) \mu\text{m}^2$ a referenční hodnotou na můstku $0,22 \text{ V}$. Prvně bylo provedeno měření proudu hrotem a poté vzorkem. U měření proudu vzorkem (obrázek 6.5a) lze pozorovat, že jsou zaznamenány menší detaily než při měření proudu hrotem (obrázek 6.5b). Tento jev je zapříčiněn již zmíněným pořadím rastrování. Opět je



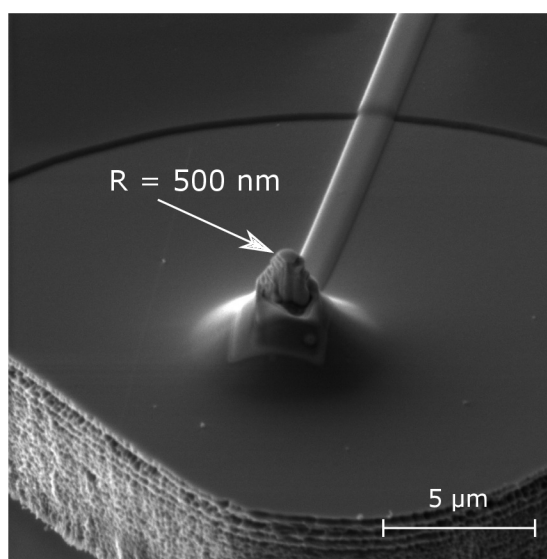
Obrázek 6.6: Porovnání hodnot obou metod měření z intenzitní křivky (zelené úsečky) z obrázků 6.5a, b. (a) Měření proudu vzorkem a (b) hrotem.

při měření lokální vodivosti viditelná pouze hranová vodivost. U měření topografie není pozorován žádný výrazný rozdíl (obrázek 6.5c, d).

Pro zjištění správnosti hodnot metody měření hrotem je využita intenzitní křivka v datových CAFM obrázcích - zelená úsečka (obrázek 6.5a, b). Díky tomuto lze jednoduše zjistit průběh hodnot měřeného elektrického proudu podél křivky obou metod a poté lze tyto hodnoty porovnávat. Na hodnotách změřených vzorkem podél křivky (obrázek 6.6a) lze pozorovat méně detailu než na měření hrotem (obrázek 6.6b), což je opět způsobeno pořadím rastrování. Nicméně změřené hodnoty obou metod jsou téměř shodné. Lze tedy CAFM měření proudu hrotem považovat za správné a změřené hodnoty proudu mají fyzikální význam.

6.3. Nanesení tlusté vrstvy

Při rastrování dochází k opotřebení platinové vrstvy na silikonové sondě a to způsobuje pouze hranovou vodivost při měření CAFM. Aby bylo předejito opotřebení vodivé vrstvy, je na hrot nadeponována vrstva o tloušťce $d = 500$ nm (obrázek 6.7). Hrot po takovémto nanesení má vrcholový poloměr $R = 500$ nm, což je způsobeno tloušťkou nanesené vrstvy. Tato úprava bude mít dopad na rozlišení mikroskopu, nicméně životnost vodivé vrstvy by tímto měla být prodloužena.

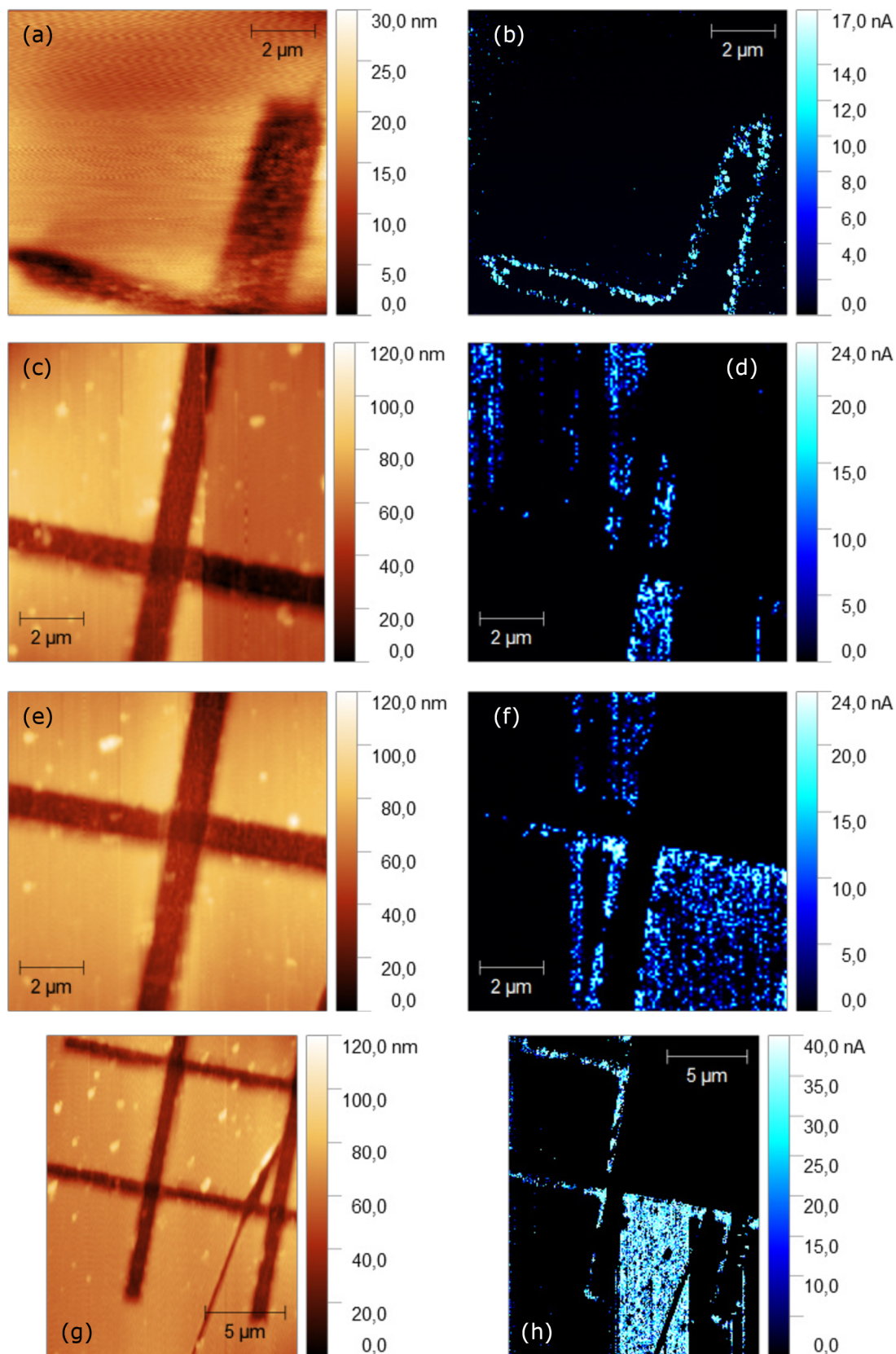


Obrázek 6.7: Hrot PRSA sondy povrstvený tlustou vrstvou platiny (tloušťka $d = 500$ nm) s vrcholovým poloměrem hrotu $R = 500$ nm.

Se sondou bylo provedeno hned několik měření CAFM (obrázek 6.8). Všechny měření jsou provedeny metodou měření proudu hrotem. V prvním měření (obrázek 6.8a, b) je viditelná pouze hranová vodivost. Prvním možným vysvětlením je špatné nastavení vazby, kdy nedochází ke správnému kontaktu hrotu se vzorkem. Není možné, aby během hledání mřížky na vzorku došlo k sedření vodivé vrstvy z hrotu. Na hrot se mohla přilepit nečistota, přes kterou neprochází proud ze vzorku do hrotu. Rastrování bylo prováděno metodou *top-down*, při napětí na vzorku $U_Z = 0,02$ V.

V následujících měřeních je využito rastrování metodou *left-right* kvůli zachování symetrie měření vůči ose symetrie sondy. V druhém měření (obrázek 6.8c, d) je možno pozorovat také povrchovou vodivost vzorku. V jistém místě ovšem dochází k nalepení

6.3. NANESENÍ TLUSTÉ VRSTVY



Obrázek 6.8: Měření CAFM s tlustou vrstvou platiny na hrotu. (a, c, e, g) Topografie s (b, d, f, h) lokálním proudem mřížky.

nečistoty na vrchol hrotu a vodivost již není pozorovatelná (obrázek 6.8d). Lze si také povšimnout, že v místě, na kterém dochází ke ztrátě vodivosti, je v topografii poměrně dobře viditelná změna kontrastu (obrázek 6.8c). Nalepená nečistota tedy zvětšuje hrot, což ovlivňuje měřené hodnoty topografie.

Ve třetím měření (obrázek 6.8e, f) je povrchová vodivost viditelná až od určitého místa. Nečistota tedy může být i poměrně malá a topografie nemusí být ovlivněna. K odtržení nečistoty došlo v důsledku rastrování přes prohlubně mřížky.

V posledním měření (obrázek 6.8g, h) bylo zvětšeno napětí na vzorku na 0,04 V. Při větších proudech by mohla být nečistota proražena či odpoutána od povrchu hrotu. Tento předpoklad ovšem nebyl prokázán. Mřížka nejdříve vodí pouze hranově, nicméně poté dochází i k povrchové vodivosti a nakonec je viditelná opět pouze hranová vodivost. K odlepení nečistoty spíše došlo v důsledku rastrování přes prohlubně mřížky než v důsledku vyšších proudů.

Ve všech měřeních je viditelné zhoršené rozlišení, ale také zároveň lepší viditelnost hranové vodivosti. Měření CAFM je velmi náchylné na parametry rastrování a i sebemenší nečistota přilepená na hrot může způsobit problémy. Povedlo se ovšem při měření vodivosti správně rozlišit místa vodivé od nevodivých. Nejlépe je to pozorovatelné v obrázku 6.8h, ve kterém je viditelný škrábanec v místě povrchové vodivosti, který není vodivý.

6.4. Návrhy úprav

Měření CAFM není ideální, neboť je ovlivněno mnoha faktory - sedření vodivé vrstvy, nečistoty nalepené na hrotu, horší rozlišení. Sedření vodivé vrstvy lze vyřešit depozicí vyšší vodivé vrstvy, ale na úkor rozlišení mikroskopu. Pro lepší rozlišení by bylo možné na hrotu vytvořit nanopilířek pomocí bodové depozice. Je ovšem možné, že pilířek nebude dostatečně pevný aby rastrování v kontaktu vydržel a může dojít opět ke ztrátě vodivosti sondy. Další možnou úpravou je odprášení díry do hrotu sondy a depozicí platiny vytvořit platinový hrot. Takováto úprava by mohla být efektivní, neboť by při rastrování nedošlo k sedření platiny příliš brzo, nicméně provedení by bylo velmi náročné. Největším problémem je ovšem přilepení nečistoty na hrot a ztráta vodivosti.

Závěr

V úvodní části této práce byla popsána základní teorie a fyzikální princip AFM a CAFM. Práce se věnuje úpravě sond pro vodivostní měření, a proto byla zmíněna technika nanášení depozitu pomocí iontového svazku. Byla zde také rozebrána výroba sond určených pro vodivostní měření, možnosti detekce a omezení při měření.

V experimentální části byla nejprve představena problematika sond s integrovanými senzory v měření CAFM. Sondy využitě v této práci jsou komerčně dostupné sondy použitelné pro měření topografie. Cílem bylo sondu upravit tak, aby byla použitelná pro vodivostní měření CAFM na SPM mikroskopu *LiteScope*. Sondy s integrovaným senzorem ovšem s sebou nesou problém, který vodivostní měření dělá nesnadné. Během rastrování dochází k problémům s ovlivňováním detekce či samotného měřeného proudu. Tento problém je zapříčiněn protékáním proudu mezi kontaktem vedoucí měřený proud a detekčním senzorem. Sondy jsou tedy charakteristické hodnotou odporu R_{WH} mezi místy, kudy proud teče. Elektricky vodivé sondy s integrovaným senzorem, které by odpor R_{WH} měly dostatečně velký, neexistují.

Existují ovšem sondy, které se využívají pro měření topografie a jsou opatřeny termálním aktuátorem pro případné použití v dynamickém režimu. Odpor mezi aktuátorem a detekčním senzorem je větší než u běžně dostupných elektricky vodivých sond. Tyto sondy byly upraveny pomocí iontového svazku indukující depozici a termální aktuátor byl použit jako kontakt vedoucí proud. Upraveny byly dva typy sond - staré, které mají odpor $R_{WH} = (58 \pm 5) \text{ M}\Omega$ a nové, u kterých je odpor $R_{WH} = (382 \pm 17) \text{ M}\Omega$. Starší sondy by bylo potřeba upravit za účelem zvětšení charakteristického odporu.

Snaha zvětšit problematický odpor R_{WH} byla provedena tak, že byla zvětšena vzdálenost mezi místy kudy teče proud ovlivňující detekci či měření proudu. K úpravě byl použit jak galiový tak xenonový iontový svazek. Obě tyto úpravy ovšem dopadly neúspěšně a výsledek měl opačný efekt než bylo předpokládáno.

Odpor u sond novějších byl však dostatečně velký ($R_{WH} > 100 \text{ M}\Omega$) na to, aby s nimi mohlo být provedeno měření CAFM. Existují dva typy zapojení, kterými lze měřit. Prvním je měření proudu vzorkem, kdy je přiloženo napětí na sondu. Takovéto měření lze provádět i se sondami s nízkým odporem R_{WH} a změřené hodnoty jsou správné a mají fyzikální význam. Druhá z metod je měření proudu hrotem, kdy je napětí přiloženo na vzorek. Tuto metodu nelze provádět pokud sondy nemají dostatečně velký odpor R_{WH} . Ten se ovšem podařilo získat a měření bylo možné provést. Bylo také potřeba porovnat změřené hodnoty proudů obou metod za účelem ověření správnosti, která se potvrdila. Takovéto měření proudu hrotem se běžně neprovádělo, ale nyní už je to možné.

Během vodivostního měření se vyskytly problémy, že sondy detekují proud pouze na nerovnostech vzorku a nikoli po rovných plochách. Tento jev byl zapříčiněn sedřením vodivé vrstvy ze samotné špičky hrotu. Povedlo se také detekovat plošnou vodivost, kdy na hrot byla nanesená tlustá vrstva, aby nedocházelo k okamžitému sedření. Tato úprava se ovšem projevila v rozlišení topografie. Nalezením vhodného materiálu, který dobře drží na sondě, by problém s hranovou vodivostí byl vyřešen. Sondy by poté měly být velmi spolehlivé a mohly by být dále vyvíjeny pro měření dalších elektrických vlastností povrchů.

Literatura

- [1] VŮJTEK, M., R. KUBÍNEK a M. MAŠLÁŇ. *Nanoskopie*. V Olomouci: Univerzita Palackého, 1. vyd, 2012. ISBN 9788024431024.
- [2] MEYER, E., H. J. HUG a R. BENNEWITS. *Scanning probe microscopy: the lab on a tip*. New York: Springer, 2004. ISBN 978-3-540-43180-0.
- [3] BINNIG, G., C. F. QUATE a Ch. GERBER: Atomic force microscope. *Physical review letters*. Březen 1986, s. 930–933. Dostupné z DOI: 10.1103/PhysRevLett.56.930.
- [4] CHAIKA, A. N. Electron Orbital Contribution in Distance-Dependent STM Experiments. *Microscopy and Analysis*. Rijeka: IntechOpen, 2016, kap. 13. Dostupné z DOI: 10.5772/63270.
- [5] MikroMasch. *Buy MikroMasch AFM Tips • World's Most Trusted Value Brand - MikroMasch* [online]. Dostupné z: www.spmtips.com/how-to-choose-by-afm-technique.html.
- [6] PUTMAN, C., B. GROOTH, N. VAN HULST a J. GREVE. A detailed analysis of the optical beam deflection technique for use in atomic force microscopy. *Journal of Applied Physics*. 1992, roč. 72, s. 6–12. Dostupné z DOI: 10.1063/1.352149.
- [7] STARK, M., B. BERCU, F. MARCHI, J. CHEVRIER a S. HUANT. Marking the Difference: Interferometric Detection vs Optical Beam Deflection in AFM. *AIP Conference Proceedings*. 2003, roč. 696, s. 385. Dostupné z DOI: 10.1063/1.1639722.
- [8] DUKIC, M., J. ADAMS a G FANTNER. Piezoresistive AFM cantilevers surpassing standard optical beam deflection in low noise topography imaging. *Scientific reports*. 2015, roč. 5, s. 16393. Dostupné z DOI: 10.1038/srep16393.
- [9] ROGERS, B., L. MANNING, T. SULCHEK a J. D. ADAMS. Improving tapping mode atomic force microscopy with piezoelectric cantilevers. *Ultramicroscopy*. 2004, roč. 100, č. 3, s. 267–276. Dostupné z DOI: 10.1016/j.ultramic.2004.01.016.
- [10] HAPENCIUC, C., F. KHAN, T. BORCA-TASCIUC a G.-C. WANG. Development of Experimental Techniques for Thermoelectric Properties Characterization of Low-Dimensional Structures. *MRS Proceedings*. 2011, roč. 4., s. 793. Dostupné z DOI: 10.1557/PROC-793-S7.5.
- [11] PAN, Ch., Y. SHI, F. HUI, E. GRUSTAN-GUTIERREZ a M. LANZA. *Conductive Atomic Force Microscopy*. John Wiley & Sons. ISBN: 978-3-527-69978-0.
- [12] Difference Between Optical and Electron Microscope | Difference Between. *Difference Between Similar Terms and Objects* [online]. Dostupné z: <http://www.differencebetween.net/object/difference-between-optical-and-electron-microscope/>.
- [13] ZHOU, W., R. APKARIAN, Z. L. WANG a D. JOY. Fundamentals of Scanning Electron Microscopy (SEM). *Scanning Microscopy for Nanotechnology*. Springer, New York, 2006. Dostupné z DOI: 10.1007/978-0-387-39620-0_1.

LITERATURA

- [14] SEM vs TEM | Technology Networks. *Technology Networks - The Online Scientific Community* [online]. Dostupné z: <https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/sem-vs-tem-331262>.
- [15] ŠAMOŘIL, T. *Aplikace fokusovaného iontového a elektronového svazku v nanotechnologiích*. [Disertační práce.] Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015.
- [16] KANT, K. a D. LOSIC. Focused Ion Beam (FIB) *Technology for Micro- and Nanoscale Fabrications*. 2013, roč. 20, s. 1–22. Dostupné z DOI: 10.1007/978-3-319-02874-3_1.
- [17] YAO, N. *Focused Ion Beam Systems – Basics and Applications*. Cambridge: Cambridge University Press, 2007. ISBN 978-0-521-83199-4.
- [18] FOUCHIER, M., P. EYBEN, D. ALVAREZ, N. DUHAYON, M. XU, S. BRONGER-SMA, J. LISONI a W. VANDERVORST. Fabrication of conductive atomic force microscope probes and their evaluation for carrier mapping. *Proc SPIE*. 2003, roč. 5116. Dostupné z DOI: 10.1117/12.498164.
- [19] RUSSELL, P. AFM Probe Manufacturing. *NanoWorld*. Appalachian State University; 2008, 63 s. [online]. Dostupné z: https://www.agilent.com/cs/library/slidepresentation/Public/AFM%20Probe%20ManufacturingNanoworld_tip_technologyPRussell07.pdf.
- [20] NanoAndMore. *NanoAndMore*. [online]. Dostupné z: www.nanoandmore.com/afm-probe-fabrication.
- [21] NAYFEH, M. Manipulation and Patterning of Surfaces (Nanolithography). *Fundamentals and Applications of Nano Silicon in Plasmonics and Fullerenes*. 2018, s. 89–137. Dostupné z DOI: 10.1016/b978-0-323-48057-4.00005-0.
- [22] ULLAH, M., R. A. MANZOOR a E. AHMED. Electrical Conductivity of CVD Diamond Thin Films. *Micro and Nanomanufacturing Volume II*. 2017, s. 337–412. Dostupné z DOI: 10.1007/978-3-319-67132-1_13.
- [23] PO-JUI, S. a B. H. LIU. Ion-beam-sputter deposited titanium nitride thin films for conductive atomic force microscope probes. *Thin Solid Films*. 2013, roč. 529, s. 317–321. Dostupné z DOI: 10.1016/j.tsf.2012.07.066.
- [24] DIMITRIADIS, C. A. Effect of conventional and rapid thermal annealing on platinum silicide Schottky barrier diodes. *Applied Physics Letters*. 1990, roč. 56(2), s. 143–145. Dostupné z DOI: 10.1063/1.103055.
- [25] OLBRICH, A., B. EBERSBERGER, C. BOIT, Ph. NIEDERMANN, W. HANNI, J. VANCEA a H. HOFFMANN. High aspect ratio all diamond tips formed by focused ion beam for conducting atomic force microscopy. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*. 1999, roč. 17(4). Dostupné z DOI: 10.1116/1.590842.
- [26] NenoVision. *NenoVision* [online]. Dostupné z: <https://www.nenovision.com/>

- [27] DE TERESA, J. M., R. CÓRDOBA, A. FERNÁNDEZ-PACHECO, O. MONTERO, P. STRICHOVANEK a M. R. IBARRA. Origin of the Difference in the Resistivity of As-Grown Focused-Ion- and Focused-Electron-Beam-Induced Pt Nanodeposits. *Journal of Nanomaterials*. 2009, roč. 2009, s. 1-11. Dostupné z DOI: 10.1155/2009/936863

Seznam použitých zkratek a symbolů

<i>AFM</i>	<i>Atomic Force Microscopy</i> – Mikroskopie atomárních sil
<i>CAFM</i>	<i>Conductive Atomic Force Microscopy</i> - Vodivostní mikroskopie atomárních sil
<i>CEITEC</i>	<i>Central European Institute of Technology</i> – Středoevropský technologický institut
<i>CVD</i>	<i>Chemical Vapor Deposition</i> - Chemická depozice z plynné fáze
<i>EBIC</i>	<i>Electron Beam Induced Current</i> - Proud indukovaný elektronovým svazkem
<i>EFM</i>	<i>Electrostatic Force Microscopy</i> - Mikroskopie elektrostatických sil
<i>FEBID</i>	<i>Focused Electron Beam Induced Deposition</i> - Depozice indukovaná elektronovým svazkem
<i>FEBIE</i>	<i>Focused Electron Beam Induced Etching</i> - Leptání indukované elektronovým svazkem
<i>FIB</i>	<i>Focused Ion Beam</i> - Fokuzovaný iontový svazek
<i>FIBID</i>	<i>Focused Ion Beam Induced Deposition</i> - Depozice indukovaná iontovým svazkem
<i>FIBIE</i>	<i>Focused Ion Beam Induced Etching</i> - Leptání indukované iontovým svazkem
<i>KPFM</i>	<i>Kelvin-Probe Force Microscopy</i> - Mikroskopie Kelvinovou sondou
<i>PRSA</i>	<i>Piezo-Resistiv Sensing & Active</i> - Piezorezistivní snímání s aktivním článkem
<i>SEM</i>	<i>Scanning Electron Microscopy</i> - Skenovací elektronový mikroskop
<i>SPM</i>	<i>Scanning Probe Microscopy</i> - Mikroskopie skenovací sondou
<i>STM</i>	<i>Scanning Tunneling Microscopy</i> - Rastrovací tunelová mikroskopie