Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

KATEDRA EXPERIMENTÁLNÍ FYZIKY

Magisterská práce

# Metody tvorby základních struktur pro nanoelektroniku

Autor: Bc. Tomáš Ingr
Vedoucí práce: Mgr. Milan Vůjtek, PhD.
Studijní obor: Nanotechnologie
Forma studia: Prezenční
Rok: 2014

# Bibliografická identifikace

| | |
|---|---|
| Jméno a příjmení autora: | Bc. Tomáš Ingr |
| Název práce: | Metody tvorby základních struktur pro nanoelektroniku |
| Typ práce: | Diplomová |
| Pracoviště: | Katedra experimentální fyziky |
| Vedoucí práce: | Mgr. Milan Vůjtek, PhD. |
| Rok obhajoby práce: | 2014 |
| Počet stran: | 73 |
| Počet příloh: | 0 |
| Jazyk: | Český |
| Abstrakt: | Tato diplomová práce se zaobírá tvorbou nanostruktur pomocí lokální oxidační nanolitografie. Na přístroji NTEGRA Aura se provádí lokální oxidační nanolitografie a přístroj mikroskop AFM Explorer se upravuje pro provoz lokální oxidační nanolitografie. |
| Klíčová slova: | Nanolitografie, mikroskop AFM Explorer, NTEGRA Aura, elektronová litografie, lokální oxidační nanolitografie, lokální anodická oxidace |

# Bibliographical identification

| | |
|---|---|
| Author's first name and surname: | Bc. Tomáš Ingr |
| Title: | Methods of creation of basic structures for nanoelectronics |
| Type of thesis: | Master |
| Department: | Department of Experimental Physics |
| Supervisor: | Mgr. Milan Vůjtek, PhD. |
| Year of presentation: | 2014 |
| Number of pages: | 73 |
| Number of appendices: | 0 |
| Language: | Czech |
| Abstract: | This master thesis is directed for the creation of nanostructures by local oxidation nanolithography. NTEGRA Aura is used for local oxidation nanolithography and microscope AFM Explorer is modified for the operation of local oxidation nanolithography. |
| Keywords: | Nanolitography, microscope AFM Explorer, NTEGRA Aura, electron beam lithography, local oxidation nanolithography, local anodic oxidation |

# Prohlášení

Prohlašuji, že jsem předloženou diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením Mgr. Milana Vůjtka, Ph.D., a že jsem použil zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých zdrojů.

V Olomouci dne: ..... Podpis: .....

# Poděkování

Děkuji Mgr. Milanu Vůjtkovi, Ph.D., který mi pomáhal s tvorbou mojí diplomové práce a seznámil mě s obsluhou a fungováním používaných přístrojů. Rád bych poděkoval doc. RNDr. Romanu Kubínkovi, CSc., a Mgr. Lence Pravdové, kteří mi dávali užitečné rady ohledně mojí práce. Také děkuji lidem z mého okolí (i výše zmiňovaným) za jejich čas a jejich *„pevné nervy“*.

# Obsah

**ÚVOD** ..... **8**

**1. MIKROSKOPIE SKENUJÍCÍ SONDOU** ..... **9**

1.1. SKENOVACÍ TUNELOVÁ MIKROSKOPIE ..... 9

1.2. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL ..... 9

**2. NANOLITOGRAFIE** ..... **14**

2.1. LITOGRAFIE SKENUJÍCÍ SONDOU ..... 14

*2.1.1. Kapalinový meniskus* ..... *16*

*2.1.2. Materiály pro LON* ..... *16*

2.2. ELEKTRONOVÁ LITOGRAFIE ..... 17

*2.2.1. Zápis elektronovým svazkem* ..... *18*

*2.2.2. Chyby při expozici* ..... *18*

*2.2.3. Interakce elektronů s hmotou vzorku* ..... *19*

*2.2.4. Rozptyl elektronů* ..... *19*

*2.2.5. Nabíjení povrchu* ..... *20*

2.3. POROVNÁNÍ ELEKTRONOVÉ LITOGRAFIE A LOKÁLNÍ OXIDAČNÍ NANOLITOGRAFIE 21

2.4. VYUŽITÍ NANOLITOGRAFE ..... 22

**3. PŘÍSTROJE** ..... **23**

3.1. MIKROSKOP AFM EXPLORER ..... 23

*3.1.1. Postup silové litografie na mikroskopu AFM Explorer* ..... *26*

*3.1.2. Postup LON na mikroskopu AFM Explorer* ..... *26*

3.2. MIKROSKOP NTEGRA AURA ..... 29

3.3. NAPRAŠOVAČKA Q150T ES ..... 31

*3.3.1. Vytváření vrstev pomocí naprašovačky Q150T ES* ..... *32*

3.4. SKENOVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP ..... 33

**4. VÝSLEDKY MĚŘENÍ** ..... **34**

4.1. DATA MIKROSKOPU NTEGRA AURA ..... 35

4.2. DATA MIKROSKOPU AFM EXPLORER ..... 57

**ZÁVĚR** ..... **69**

**SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ** ..... **70**

**ZDROJE INFORMACÍ.....73**

# Úvod

V průběhu mého studia jsem se zaměřil na mikroskopické techniky a nanoelektroniku. Proto jsem se rozhodl směřovat i svoji diplomovou práci touto cestou. Po konzultaci s doktorem Vůjtkem jsme vybrali téma práce *„Metody tvorby základních struktur pro nanoelektroniku“*.

Svou práci jsem rozdělil do čtyř kapitol. V první části se zabývám mikroskopickými technikami využívajícími skenující sondu, jimiž jsou mikroskopie atomárních sil a skenovací tunelová mikroskopie. Tyto techniky jsou podstatné pro profilovou analýzu povrchu a při provádění lokální oxidační nanolitografie. Tato technika, jíž se zabývám ve druhé kapitole, je jednou z mnoha metod, pomocí níž je možné vytvářet nanometrové objekty. Další metodou, kterou se zabývám, je elektronová litografie. Tento typ nanolitografie využívá elektronového svazku, jímž mění vlastnosti materiálu. Ve třetí kapitole popisuji jednotlivé přístroje a postup v experimentální části. V poslední kapitole vyhodnocuji data získaná z měření.

Proč nanoelektronika? *„Nejjednodušší odpovědí na tuto otázku je, že potřebujeme zvýšit výkonnost výpočetních zařízení (zvýšení hustoty součástek a jejich zmenšení) a snížit provozní náklady. Proto je tato oblast výzkumu jedním z důležitých témat dnešní doby.“*

Za hlavní cíl své diplomové práce jsme vybrali přípravu experimentálních podmínek pro vytvoření jednoelektronového tranzistoru. Tomuto cíli ale předchází další úkoly, jimiž jsou stabilizování parametrů mikroskopu NTEGRA a upravení mikroskopu AFM Explorer pro lokální oxidační nanolitografii.

# 1. Mikroskopie skenující sondou

## 1.1. Skenovací tunelová mikroskopie

Skenovací tunelová mikroskopie (STM – Scanning Tunneling Microscopy) má vznik datovaný do roku 1981, kdy ji objevili Gerd Binnig a Heinrich Rohrer. Její výhodou je, že přináší obraz povrchu v atomárním rozlišení a za určitých podmínek dokáže manipulovat s jednotlivými atomy. Ostrý vodivý hrot, jenž je přibližně ve vzdálenosti nanometru od povrchu, umožňuje s jistou pravděpodobností „pohyb" elektronů přes energetickou bariéru tunelovým jevem. Částice je popsána vlnovou funkcí, jež exponenciálně klesá, tudíž je nenulová pravděpodobnost průniku částice skrz bariéru. Pravděpodobnost tohoto jevu je vyjádřena přibližně vztahem $P \approx e^{\frac{-2}{\hbar}\int_0^d \sqrt{2m(E-V(x))}\,\mathrm{d}x}$, [2] kde $\hbar$ je redukovaná Planckova (Diracova) konstanta, $d$ je šířka bariéry, $V(x)$ je potenciální energie (tvar bariéry), $E$ je energie částice.

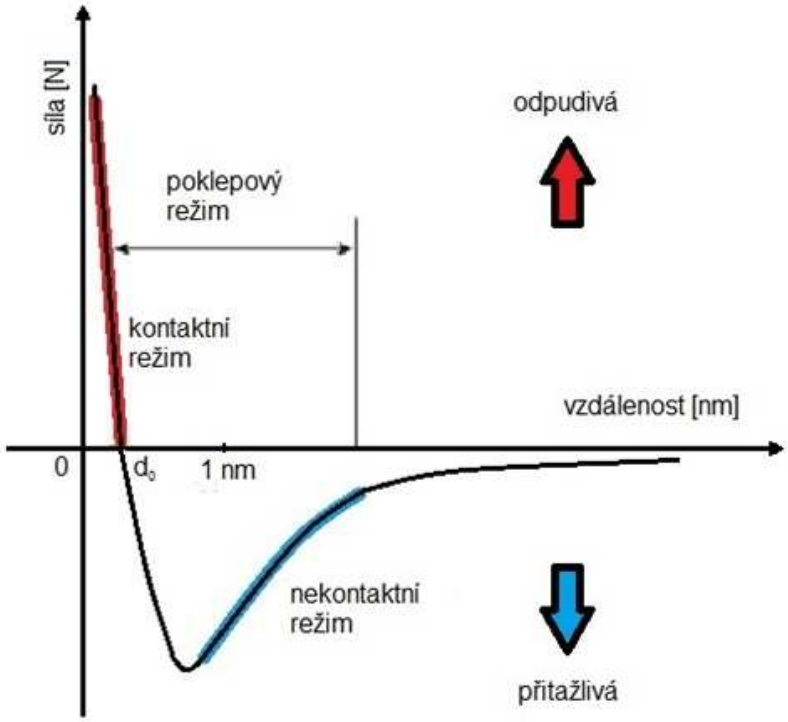
Pokud jsou hrot a vzorek ze stejného kovu, je bariéra symetrická, tzn. pravděpodobnost průniku elektronů je stejná, tudíž celkový proud je nulový. Jsou-li kovy rozdílné, dojde na začátku k vytvoření napětí a průchodu elektronů a nastává stejná situace. Přiložením napětí tak symetrie vymizí a tím získáme celkový nenulový proud.

Při měření se získává pouze informace v daném místě. Proto se musí skokovým posuvem posouvat hrot ve směru *x, y* (zpravidla se pohybuje hrot po řádcích a v jednom směru). Tím se postupně získá matice typu $a_{ij}$. Indexy *i, j* udávají polohu bodu, zatímco hodnota nám dává velikost signálu.

## 1.2. Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (AFM) byla objevena roku 1986, zásluhu na tom mají opět Binnig a Rohrer. Jako u STM i zde se využívá ostrý hrot, avšak u AFM nemusí být hrot z vodivého materiálu. Ovšem při měření je velmi důležitá struktura hrotu, kvůli silám působícím mezi atomy. Tato metoda má oproti STM výhodu v tom, že dokáže zobrazit i nevodivý vzorek. AFM metoda využívá přitažlivé a odpudivé síly

(obrázek 1), které u STM znehodnocovaly měření. Tyto síly způsobují ohyb raménka, které je snímáno citlivým laserem. Následně jsou data, ve formě matice $b_{ij}$, zpracována a je vytvořen obraz vzorku.




*Obrázek 1: Závislost meziatomárních sil na vzdálenosti* [2]

Na atomy působí mnoho různých sil, které ovlivňují měření. Nejvýznamnějšími silami jsou van der Waalsovy, působící na vzdálenosti do desítek nanometrů. Důležitou vlastností těchto sil je, že působí mezi libovolnými atomy. Na krátké vzdálenosti také působí odpudivá Pauliho síla. Další významnou působící sílou je síla kapilární (pro vodu a hrot s poloměrem 100 nm je síla $9{,}3 \cdot 10^{-8}$ N). Ta vzniká při přiblížení hrotu ke vzorku, kde se vytvoří mikrokontakt. Ten působí jako zárodek kondenzace kapaliny, jenž vede k vytvoření menisku a to v případě, kdy je poloměr hrotu pod kritickou hodnotou. Odpudivé síly začnou působit při překrytí elektronového obalu hrotu a vzorku. Síla, jež se projevuje u nevodivých vzorků je elektrostatická, příčinou jejího vzniku je neodvedení náboje z povrchu.

AFM funguje ve třech možných režimech: Kontaktní režim, který má pracovní vzdálenost mezi hrotem a povrchem do několika desetin nanometru. Nekontaktní režim, který má pracovní vzdálenost mezi hrotem a povrchem do několika desítek nanometrů.

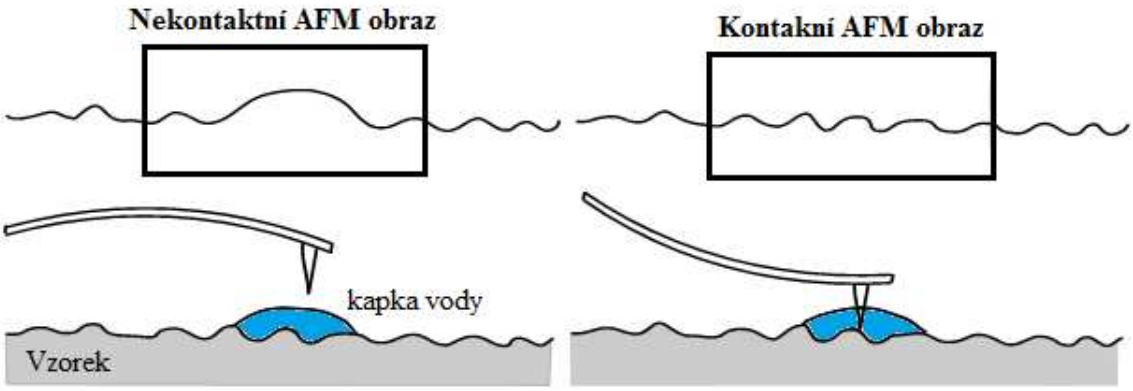
Poklepový režim, který využívá kmitání raménka ve vzdálenostech do několika desítek nanometrů.

V kontaktním režimu převládá odpudivá síla díky blízkosti hrotu a povrchu. Pro tento režim se využívá hrotu s raménkem, jenž má menší tuhost, než je vazebná síla mezi atomy a proto se raménko ohýbá. Pokud by byla tuhost větší tak může dojít k poškození vzorku, čehož se využívá u nanolitografie. Na ohyb raménka působí i kapilární síly a pevnost samotného raménka. Kapilární síla je zapříčiněna vodou, která kondenzuje na vzorku v blízkosti hrotu. Voda se na vzorek a hrot dostane ve vlhkém prostředí (vzduch). Odpudivá síla, jež působí na raménko je $10^{-8}$–$10^{-6}$ N. Měření probíhá dvěma způsoby, s konstantní výškou nebo s konstantní silou. Při konstantní výšce se udržuje pevně daná výška nad vzorkem a měří se ohýbání raménka. Měření touto metodou je rychlé, díky rychlé odezvě raménka, to je ovšem na úkor přesnosti měření. Nastává i problém zlomení raménka, dojde-li ke zvětšení výšky vzorku. Pokud se využije měření s konstantní silou, tak se vyvarujeme problému zlomení raménka. Je to zapříčiněno tím, že se udržuje konstantní ohnutí raménka během celého měření a to tak, že se raménko (popř. vzorek) pohybuje kolmo k povrchu.

V nekontaktním režimu raménko s hrotem kmitá a nedotýká se povrchu vzorku, to je velká výhoda, protože nedochází ke znečištění, poškození povrchu. Jelikož je síla velmi malá $10^{-12}$ N, tak se stává výhodou při měření měkkých a pružných povrchů. Kvůli působení přitažlivé síly musí mít raménko větší tuhost, aby se nepoškodil povrch. Tím vzniká problém malého ohnutí a jeho překrytí šumem. Frekvence kmitajícího raménka je blízko rezonanční frekvence, která je mezi 100–400 kHz a amplituda má hodnotu několika nanometrů. Pro vyjádření rezonanční frekvence platí vztah $\omega_0 = \sqrt{\frac{(k - \delta_i F_j)}{m}}$, [2] kde $k$ je tuhost raménka, $\delta_i F_j$ je derivace síly podle směru a $m$ je hmotnost. Změny rezonanční frekvence, jež jsou způsobené průnikem raménka do gradientu síly, pak slouží ke zjištění topografie vzorku.

V nekontaktním režimu se měří s konstantní výškou nebo konstantní amplitudou. Při režimu s konstantní výškou se zafixuje z-poloha raménka a sledují se změny amplitudy, které nám dají matici $b_{ij}$. Z ní se potom sestaví výsledný obraz, problémem je derivace síly, která se těžko převádí na změny výšky vzorku. Při měření

s konstantní amplitudou, se zachovává amplituda tak, že se mění poloha raménka. Tímto způsobem získáme matici, která se potom zobrazí. Kontaktní a nekontaktní režim se velmi liší při měření vzorku, který je pokryt vodou (obrázek 2).

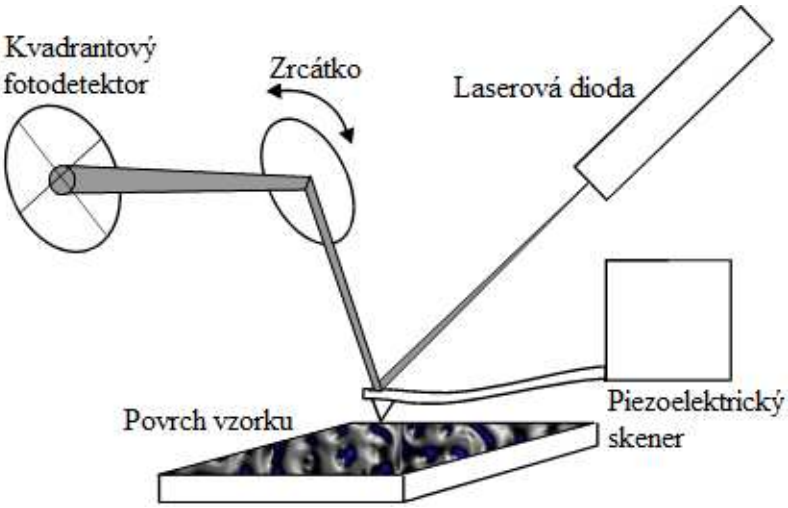



*Obrázek 2: Chování hrotu s kapkou vody v kontaktním a nekontaktním režimu AFM* [2]

Bezkontaktní režim kapku vody může snímat jako povrchu vzorku a tím zkreslit výsledný obraz. Dále může nastat problém, že se hrot dostane do vody a nebude mít energii na uvolnění z ní.

Posledním režimem je poklepový (tapping mod), jeho výhodou je, že pracuje na principu nekontaktního režimu (raménko kmitá nad vzorkem) s lehkými údery do vzorku. Tím se vyvaruje poškrábání povrchu. Je vhodnější než bezkontaktní, jelikož můžeme snímat větší drsnost vzorku. Díky větší amplitudě se zabrání uchycení hrotu ve vodě na povrchu vzorku.

Pohyby raménka se mohou sledovat několika způsoby, nejčastějším je pomocí laseru, který se od raménka odráží do fotodetektoru (obrázek 3). Ten je velmi citlivý a zaznamenává pohyby svazku menší než nanometr. Další možností je použití raménka z piezoelektrického materiálu, kde se elektrické napětí mění v závislosti na ohybu raménka.




*Obrázek 3: Detekce ohybu raménka pomocí laseru* [2]

# 2. Nanolitografie

Pojem „nanolitografie“ se běžně používá pro lokální změny některých vlastností povrchu. K tomu se využívá celá řada technik, například mikroskopie skenující sondou (SPM), elektronová mikroskopie, fotolitografie a další techniky. Jedná se o komplexní techniky vytváření, manipulace a vizualizace nanometrových funkčních prvků, včetně jednotlivých molekul a atomů, na povrchu.

## 2.1. Litografie skenující sondou

Litografie skenující sondou (SPL – scanning probe lithography) je označení technik, které využívají skenující sondu pro úpravy povrchu. Tyto techniky je možné rozdělit do dvou skupin, z nichž jedna je konstruktivní, tedy přenášení látky z hrotu na povrch (Dip Pen nanolitografie) a druhá destruktivní, která mění vlastnosti či strukturu povrchu („škrábání“ – silová litografie, oxidace – lokální oxidační nanolitografie).

Jednou z nejslibnějších metod pro lokální povrchové úpravy je lokální oxidační nanolitografie (LON) neboli lokální anodická oxidace (LAO). Z pojmu lokální plyne, že ovlivněná oblast je velmi malá, pokud je hrot dostatečně ostrý a tím může interagovat pouze konec hrotu. Při použití ostrého hrotu můžeme současně využívat LON pro vytváření nanometrových objektů na vzorku a 3D zobrazení povrchu pomocí AFM. Současně hrot musí být velmi blízko povrchu. Hrot je z vodivého materiálu, aby na něj mohlo být přivedeno napětí, díky kterému vzniká oxidace. Při porovnání lokální oxidace a anodické oxidace můžeme mezi nimi vidět podobnost, protože AFM hrot je použit jako katoda, na kterou je přivedeno záporné napětí a mezi hrotem a povrchem se s pomocí napětí vytváří kapalinový meniskus. [3]

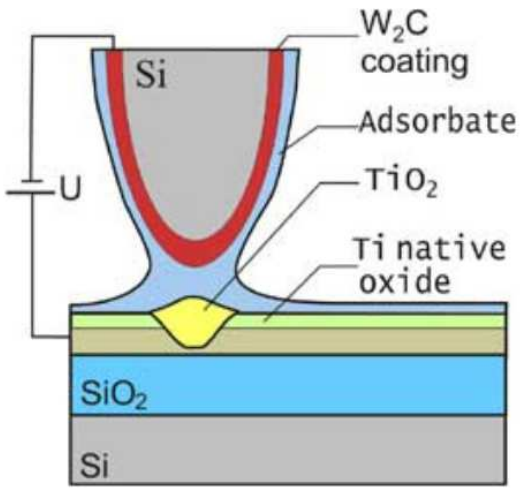
Lokální oxidační nanolitografie umožňuje vytváření nevodivých oblastí na vodivém povrchu a je založena na principu oxidační reakce s využitím ostrého hrotu, jaký se používá u SPM. Pro oxidaci je možné použít různé materiály (viz 2.2). Asi nejznámějšími materiály pro LON, které budu i využívat ve své práci jsou křemík a titan. Křemík se řídí touto chemickou reakcí: $Si + 2H_2O \rightarrow SiO_2 + 2H_2$. Podobná chemická reakce je i pro titan: $Ti + 2H_2O \rightarrow TiO_2 + 4H^+ + 4e^-$. [3]

Pro lokální oxidaci se používá AFM i STM. AFM je však výhodnější, protože zpětná vazba procesu, která kontroluje snímkování v silové mikroskopii, může být použita nezávisle na procesu lokální oxidace (neovlivňování elektrickým polem).

Při používání LON je výsledek ovlivněn velikostí napětí, dobou pulzu, substrátem, tvarem kapalinového menisku a složením okolního prostředí.

Zařízení používané pro lokální oxidaci má všechny části jako tradiční silová AFM mikroskopie (nosník, hrot, laserový paprsek, fotodiodu, piezoskener a software). Nosník a hrot by měly být vodivé. Celá sestava by pak měla být uzavřena v komoře umožňující kontrolu vlhkosti (udržuje se kolem 30–60 %). AFM může být používáno v kontaktním nebo bezkontaktním režimu.

Při porovnání bezkontaktní a kontaktní AFM oxidace zjistíme, že poměr šířek oxidovaných částí není stejný při používání stejných parametrů. Je to dáno tím, že bezkontaktní režim má šířku kapalinového menisku menší a při měření lze zjistit, že bezkontaktní režim je více závislý na parametrech. Další výhodou je rychlost vertikálního růstu, která je vyšší než u kontaktního, protože kontaktní režim potřebuje odklánění nosníku během růstu oxidace.




*Obrázek 4: Obecná představa lokální oxidační nanolitografické metody* [3]

### 2.1.1. Kapalinový meniskus

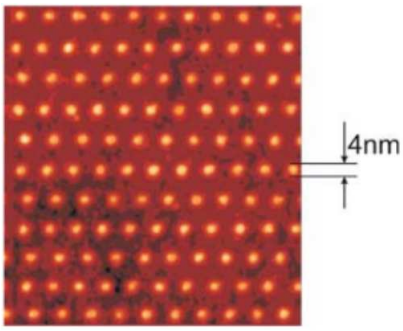
Kapalný můstek (vodní meniskus) má v AFM oxidaci dvě funkce. Za prvé poskytuje kyslík potřebný pro oxidaci povrchu. Za druhé poskytuje cestu elektrickému poli k vyvolání oxidace. Důležitý je i rozdíl mezi permitivitou prostředí uvnitř a vně kapalného mostu.

V kontaktním režimu je velikost kapalného přechodu (mostu) pevně daná velikostí hrotu, hydrofilním charakterem povrchu a tlakem vodní páry, který zmenšuje velikost vodního menisku. V bezkontaktním režimu jsou hlavními parametry vlhkost a napětí, pomocí kterých se ovládá velikost kapalinového mostu (menisku).

### 2.1.2. Materiály pro LON

Prvním materiálem pro lokální oxidaci byl křemík. Nejprve byla oxidace demonstrována na povrchu Si(111), poté se metody rozšířily na další povrchy Si(100) a Si(110). Prováděním experimentů bylo zjištěno, že tenká vrstva nativního oxidu na povrchu není zábranou pro další oxidaci. Lokální oxidační nanolitografie není omezena pouze na křemík, je možné použít i jiné polovodičové povrchy (např. GaAs, jenž je vhodný pro STM a AFM). Kromě polovodičů lze pro lokální oxidační nanolitografii použít vhodné kovové povrchy, jenž jsou anodicky oxidovatelné (např. železo, tantal, titan, hliník, niob a chrom). Někteří autoři uvádí příklad univerzálnosti LON pro modifikaci samouspořádaných monovrstev na příkladu oxidace monovrstev metylem ovlivněného silanu na křemíkových površích. Různorodost materiálů vhodných pro lokální oxidační litografii ukazuje celkový charakter této metody [1,3,4].

Nejčastěji používaným povrchem v mé práci jsou naprášené nanovrstvy titanu. Titan se sice označuje jako prvek s vysokou chemickou stálostí, avšak při použití lokální oxidace je možné vytvořit vrstvu $TiO_2$ o výšce několik nanometrů. Při oxidaci není důležitá jen výška a hloubka prooxidování, ale také šířka. Vědcům S. V. Lemeshkovi a S. A. Sauninovi se podařilo dosáhnout laterálního rozlišení u lokální oxidační nanolitografie přibližně 4 nm. Takové to hodnoty dosáhli na vrstvě 15 nm Ti při relativní vlhkosti 20 %. Napětí, které bylo přiloženo na hrot, mělo hodnotu 8 V a doba pulsu v jednom místě byla 0,5 ms (obrázek 5) [3].




*Obrázek 5: LON bodů o šířce 4 nm a výšce 2,6 nm na povrchu Ti* [3]

## 2.2. Elektronová litografie

Z názvu elektronové svazkové litografie (EBL) vyplývá, že jde o svazek elektronů, který vytvoří obraz na povrchu, jenž je pokrytý rezistem. Pak je možné odstranit buď exponovanou či neexponovanou část rezistu. Tímto způsobem získáme velmi malou a přesnou strukturu. Proto tato metoda našla uplatnění při výrobě integrovaných obvodů a struktur o nanometrových rozměrech. Elektronová litografie je omezena vlastnostmi povrchu materiálu a dlouhou dobou na vyvolání. Dlouhá expozice je citlivá na drift a nestability během měření.

Jelikož je pořizovací cena speciálních elektronových litografů vysoká, nabízí se možnost dokoupit k elektronovému mikroskopu doplňkové zařízení a tím rozšířit aplikační možnosti elektronového mikroskopu.

Zařízení elektronové litografie může být klasifikované podle tvaru paprsku a vychýlení. Dřívější systémy používaly gaussovský tvar paprsku, nyní nové přístroje používají paprsky, jejichž tvar je možný měnit. K ovládání paprsku slouží objektiv, který má konstrukci založenou na elektrostatickém či elektromagnetickém principu. Elektrostatické objektivy mají více vad, a proto nejsou používány pro jemné zaostření a tvorbu velmi přesných struktur.

Doposud byla zmiňovaná elektronová svazková litografie, tedy využívání přesně ovládaného elektronového svazku. To ovšem není jediná metoda využívající elektrony. Další technikou je projekční elektronová litografie, která se od EBL liší tím, že nevyužívá svazku ale plošného ozáření povrchu. Abychom mohli tuto techniku použít

a vytvořit nějakou strukturu na povrchu je potřeba masky, přes kterou se povrch ozáří. Maska, která se k projekční elektronové litografii používá, je vytvořena pomocí EBL. Z toho je patrné že s projekční elektronovou litografií není možné dosáhnout tak vysokého rozlišení jako s EBL. Její výhodou je rychlost ozáření rezistu, kdy celoplošné ozáření je mnohem rychlejší než ozáření pohybujícím se svazkem. Důvodem proč se v průmyslu s projekční elektronovou litografií téměř nesetkáme, je ten, že je finančně nákladnější na pořízení i provoz, proto se místo ní využívá levnější projekční fotolitografie (využívá se fotonů, nikoli elektronů).

### 2.2.1. Zápis elektronovým svazkem

Při použití elektronové litografie získáme vyšší rozlišení než při použití fotolitografie. Avšak její nevýhodou je časová náročnost, jež je větší než při použití fotolitografie, proto není v průmyslu tolik rozšířena.

Doba zápisu elektronovým svazkem je daná vzorcem $T = \frac{DS}{I}$ [6], kde $T$ je doba zápisu [s], $I$ je proud svazku [A], $D$ je dávka nutná k požadovanému ovlivnění povrchu [C/m$^2$] a $S$ je plocha [m$^2$].

Rychlost zápisu je ovlivněna více parametry, závisí to i na rozlišení, s vyšším rozlišením se doba prodlužuje. Různí autoři uvádějí různou dobu, jelikož počítají s jinými parametry, ale přesto jedním z nejpodstatnějších parametrů je hustota nanometrových struktur. Jelikož s rostoucí hustotou dochází ke zmenšování struktur, je potřeba přesnějšího zaostření svazku (menší šířka stopy) a tím je potřeba více času pro danou expozici. Protože je elektronová litografie finančně a časově náročnější než fotolitografie, tak tato metoda našla uplatnění především v laboratořích, kde se klade důraz na přesnou velikost vytvářených objektů a při vytváření masek pro fotolitografii.

### 2.2.2. Chyby při expozici

V elektronové litografii se mohou chyby rozdělit do dvou kategorií. V první kategorii dochází k chybám při nesprávném vychýlení elektronového paprsku, což způsobí chyby při tvarování v paprskovém systému a špatném promítnutí na vzorek. Tyto chyby mohou pocházet ze špatné elektronově optické konfigurace. Druhá kategorie (vady fyzikální povahy) je pestřejší, např. nabíjení vzorku, „mlžení“ (dálkový odraz od zpětně odražených elektronů), kontaminace povrchu, drift paprsku a částic.

Jelikož elektronová litografie trvá velmi dlouho, tak je velká pravděpodobnost výskytu dalších chyb.

### 2.2.3. Interakce elektronů s hmotou vzorku

Primární elektrony dopadajícího paprsku ztratí energii při vstupu do materiálu prostřednictvím nepružného rozptylu či kolize s jinými elektrony. Při takovém nárazu může být přenos hybnosti elektronu na vázaný elektron vyjádřen vztahem $\mathrm{d}p = \frac{2e^2}{bv}$ [2], kde $b$ je nejmenší vzdálenost přiblížení mezi elektrony a $v$ je rychlost elektronu (bez relativistických efektů).

Energie převedená kolizí je dána vzorcem $T = \frac{(\mathrm{d}p)^2}{2m} = \frac{e^4}{Eb^2}$ [2], kde $m$ je hmotnost elektronu a $E$ je dopadající energie elektronu, vyjádřena vztahem pro kinetickou energii $E = \frac{1}{2}mv^2$.

Integrací přes všechny hodnoty $T$ mezi nejnižšími vazebními energiemi $E_0$ a energií dopadajících elektronů $E$ je zjištěno, že celkový průřez pro kolize je nepřímo úměrný dopadající energii $E$ a úměrný $\frac{1}{E_0} - \frac{1}{E}$. Obecně platí, že $E > E_0$, takže výsledek je v podstatě nepřímo úměrný vazební energii.

Stejným integračním postupem v rozsahu od $2E_0$ do $E$ získáme porovnáním průřezů, že polovina nepružných srážek dopadajících elektronů produkuje elektrony s kinetickou energií větší než $E_0$. Tyto sekundární elektrony jsou schopné narušit vazby (s vazebními energiemi $E_0$) v určité vzdálenosti od původní kolize. Kromě toho mohou vytvářet další, nízkoenergetické elektrony, což vede ke vzniku kaskády elektronů. Je tedy důležité si uvědomit významný podíl sekundárních elektronů k šíření energie.
Pro molekulu obecně platí, že $e^- + AB \rightarrow AB^- \rightarrow A + B^-$.

### 2.2.4. Rozptyl elektronů

Kromě produkce sekundárních elektronů se mohou primární elektrony z dopadajícího paprsku, pronikající rezistem s dostatečnou energií, rozptýlit v substrátu na velké vzdálenosti od místa dopadu svazku. To vede k expozici oblastí na velké vzdálenosti od požadovaného místa expozice. Elektrony s větší energií, např. primární

elektrony pohybující se vpřed, mají zvýšenou možnost rozptylu v paprskem definovaném místě. Tento rozptyl se nazývá dopředný rozptyl. Občas jsou primární elektrony rozptýleny v úhlech nad 90 stupňů, což znamená, že už dále nepostupují do rezistu. Tyto elektrony se nazývají zpětně rozptýlenými elektrony. Dostatečně velká dávka zpětně rozptýlených elektronů může vést k úplné expozici rezistu přes oblast větší než je oblast definovaná svazkem na daném místě.

### 2.2.5. Nabíjení povrchu

Protože elektrony jsou částice se záporným nábojem, mají tendenci nabít substrát negativně, nebudou-li z povrchu substrátu odvedeny. Pro vysoké energie paprsku dopadajícího na wafer, jsou téměř všechny elektrony z povrchu polovodiče špatně odváděny k zemi i u uzemněného vzorku. Záporný náboj získaný ze substrátu lze kompenzovat kladným nábojem na povrchu díky sekundární emisi elektronů do vakua. Přítomnost tenké vodivostní vrstvy, jež má pomoci s odvedením náboje, je obvykle omezena možnostmi pro vysoké energie elektronového svazku (50 keV a více), jelikož většina elektronů prochází vrstvou do substrátu. Ztráta náboje ve vrstvě se obvykle projeví při energiích do 10 keV, jelikož je rezist tenčí, tak většina elektronů buď zastaví v rezistu, nebo v blízkosti vodivostní vrstvy. Použití je omezené vzhledem k jejich vysokému plošnému odporu, což může vést k neefektivnímu uzemnění.

Řada nízkoenergetických sekundárních elektronů může přispět k nabíjení povrchu. Velikost nabité oblasti je přibližně do 50 nm. Negativní nabíjení vychyluje elektronový paprsek od nabité oblasti, zatímco pozitivní nabíjení vychyluje elektronový paprsek směrem k nabité oblasti.

## 2.3. Porovnání elektronové litografie a lokální oxidační nanolitografie

Při porovnání elektronové litografie a lokální oxidační nanolitografie je na první pohled patrná řada rozdílů, těmito rozdíly jsou různé podmínky při tvorbě objektů a užití jednotlivých technik v průmyslu nebo při vývoji nových technologií. Podstatným rozdílem je prostředí, ve kterém litografie probíhají. V případě LON je potřeba docílit zvýšení relativní vlhkosti vzduchu, naproti tomu u EBL je potřeba vytvořit vakuum. Dalším podstatným rozdílem je tvorba jednotlivých objektů, kde se v případě LON využívá vodivého hrotu a kapalinového menisku, pomocí kterého se docílí lokální oxidace na daném povrchu. U EBL se využívá elektronový svazek, který ovlivňuje rezist, jenž je v následujících krocích odleptáván, aby na povrch mohly být naneseny vrstvy, ze kterých je vytvořen požadovaný objekt.

Rozdílnost mezi těmito technikami není pouze v závislosti na podmínkách, za kterých litografie probíhá, ale také na jejich využití v praxi. Elektronová svazková litografie má několik hlavních využití. Z průmyslové oblasti je to převážně výroba masek (fotošablon), jež se užívají v projekční fotolitografii. Současně se EBL využívá pro kusovou výrobu polovodičových součástek a integrovaných obvodů [7,8]. EBL má také důležité využití při vývoji struktur (například spintronických součástek) o velikostech mikrometrů až nanometrů. Při porovnání elektronové svazkové litografie a lokální oxidační nanolitografie lze zjistit, že způsob využití je velmi podobný, avšak LON se využívá pro vytvoření nevodící vrstvy (oxidace). Toho se využívá při tvorbě součástek o nanometrových rozměrech, u kterých je využito tunelového jevu.

## 2.4. Využití nanolitografe

Aby bylo možné popsat využití nanolitografie v praxi, je důležité si uvědomit, že každá technika má jiné využití. Tedy to co je možné provést pomocí lokální oxidační nanolitografie už nemusí být proveditelné pomocí elektronové litografie či jiných nanolitografických technik. Jelikož s elektronovou litografií nepracuji a současně není hlavním tématem mé diplomové práce, tak je její využití zmíněno pouze okrajově.

Elektronová litografie, která je jednou z finančně nákladnějších technik, nenalezla veliké využití v průmyslu, ale stává se podstatnou při laboratorním výzkumu. Asi jediným širším využitím v průmyslu je výroba masek, ať už například pro fotolitografii nebo pro nanoimprint [1, 7, 8]. Jelikož s elektronovou litografií je možné dosáhnout vysoké přesnosti, tak se využívá při výzkumu. Například při tvorbě součástek o nanometrových rozměrech, které jsou potřeba ve spintronice. V těchto situacích je třeba docílit vysoké přesnosti i za cenu dlouhé doby expozice.

O využití lokální oxidační nanolitografie lze říci, že tato technika též našla využití pouze ve výzkumu a v kusové výrobě součástek. Její nevýhodou pro průmysl je lokálnost a tedy i dlouhá doba při vytváření velkého počtu objektů. Jednou z možností využití LON je při tvorbě FET (tranzistor řízený elektrickým polem). Pokud docílíme vysoké přesnosti oxidace, je možné vytvořit i jednoelektronový tranzistor. Pokud chceme vytvořit takovou součástku, je důležité zjistit jaké parametry a jaký materiál k tomu bude potřeba. Příprava podmínek pro vytvoření takovéhoto tranzistoru je jedním z cílů mé práce. Jednou z důležitých vlastností tranzistoru je správné fungování za pokojové teploty. Proto se nabízí možnost vytvoření tranzistoru podle Kazuhiko Matsumota, který popsal vytvoření jednoelektronového tranzistoru za pokojové teploty z titanové nanovrstvy [11]. V textu se Matsumoto zmiňuje i o možnosti vytvoření jednoelektronové paměti. Další možností využití LON je pro tvorbu zařízení, pomocí kterého lze měřit velmi slabé magnetické pole. Toto zařízení zvané SQUID využívá Josephsonových přechodů (supravodič-izolant-supravodič), kde je izolující vrstva vytvořena pomocí oxidace. LON se též využívá při výrobě křemíkových nanovláken (SiNW), které je možné využít jako kanál o šířce 4 nm u FET, nebo jako ultracitlivé chemické a biologické senzory [4,6].

# 3. Přístroje

V mé diplomové práci jsou používány dva AFM přístroje, které mohou být použity pro nanolitografii, těmi jsou mikroskopy AFM Explorer a NTEGRA Aura. Pro lokální oxidační nanolitografii je potřeba vodivého vzorku. Nejjednodušší možností, ale finančně nákladnější je koupě průmyslově vyráběných vzorků s přesně definovanými parametry. Další možností je vytvořit vodivé vrstvy pomocí naprášení požadovaného materiálu na nevodivý podklad. K vytvoření požadovaných vrstev je použita naprašovačka Q150T ES. Pro zobrazení povrchu je mimo AFM přístroje ještě použito zařízení SEM.

## 3.1. Mikroskop AFM Explorer

*Obrázek 6: Mikroskop AFM Explorer*

Mikroskop AFM Explorer byl vytvořen firmou ThermoMicroscopes. Toto zařízení bylo vytvořeno pro práci v režimu mikroskopie atomárních sil a v režimu silové litografie.

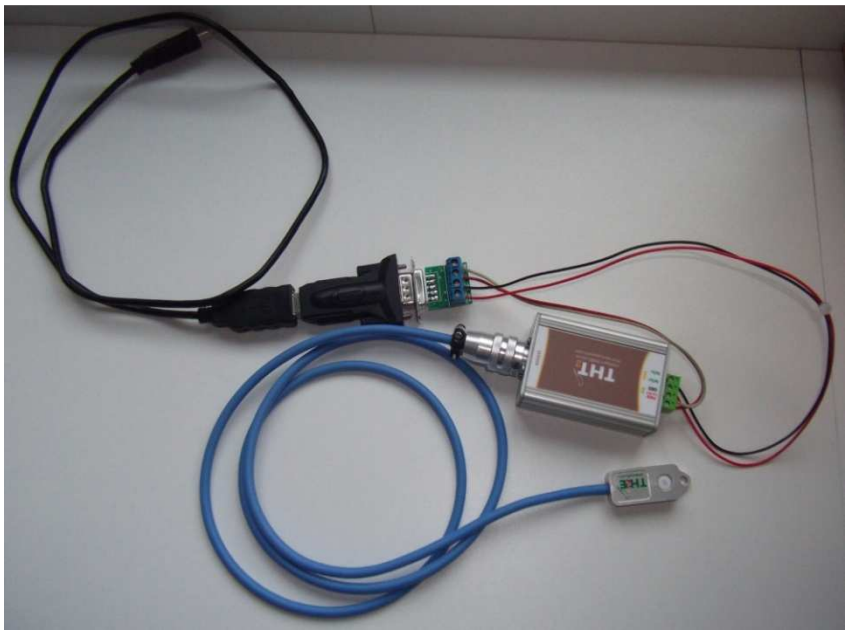
Pro měření se používají různé typy skenerů, v závislost na parametrech vzorku a skenované oblasti. Při použití skeneru s rozsahem 100 μm není dosaženo přesnosti jako u skeneru s rozsahem 2 μm, ale je snadnější měřit výšku vytvořené tenké vrstvy. Současně je možné mimo skenování povrchu využít režimu silové litografie a „vyškrábat“ danou strukturu na plochu vzorku. Skenery se liší i svým použitím, jelikož některé jsou určené pro kapalné prostředí. Při používání přístroje v režimu lokální oxidační nanolitografie se využívají skenery pro suché prostředí. Režim LON nebyl součástí původní verze přístroje, jeho vytvoření bylo jedním z cílů mé diplomové práce.

Pro samotné měření je potřeba zajistit „kontakt“ mezi vzorkem a přístrojem, toho je docíleno pomocí speciálních hrotů, které dodávají firmy NT-MDT nebo BRUKER. Hroty jsou rozděleny podle mnoha parametrů, důležitým parametrem je rezonanční frekvence, která se liší v závislosti na tvaru raménka a materiálu, z něhož je hrot vytvořen. Při používání režimu LON je také důležité, aby byl hrot vodivý.

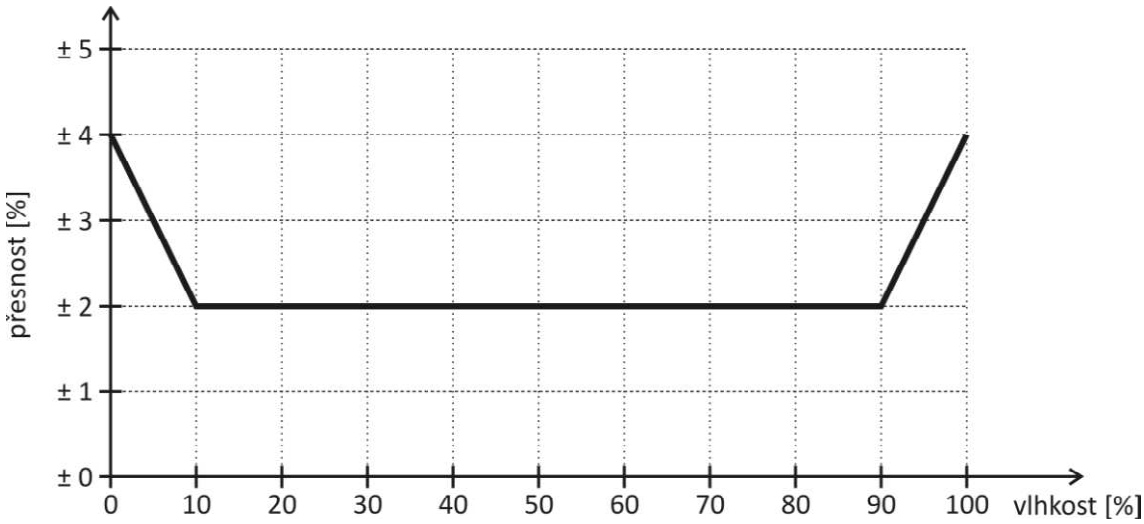
Pro použití přístroje v LON bylo potřeba obstarat jednotlivé součástky a předělat silovou litografii na lokální oxidační nanolitografii. Vybavením potřebným pro LON jsou poklop, sonda se senzorem a zdroj napětí.

Poklop pro nanolitografii je důležitým nejen z důvodu odstínění zvukových vln, ale také pro vytvoření prostředí se zvýšenou vlhkostí. Zvýšení vlhkosti se docílí pomocí kalíšku s vodou, jenž je společně s AFM mikroskopem a sondou pod poklopem.

THT2 senzor se sondou vlhkosti a teploty má za účel měřit jeden z hlavních parametrů LON a tím je vlhkost. Jak již bylo řečeno, sonda je umístěna pod poklop, kde měří vlhkost a teplotu. Nevýhodou tohoto zařízení je komunikace, která probíhá přes rozhraní RS485. Proto je zapotřebí připojit převodník RS485 na USB (obrázek 7) a až potom připojit zařízení k počítači. Jako každé vybavení i THT2 má udanou přesnost měření, která je závislá na relativní vlhkosti prostředí (graf 1).

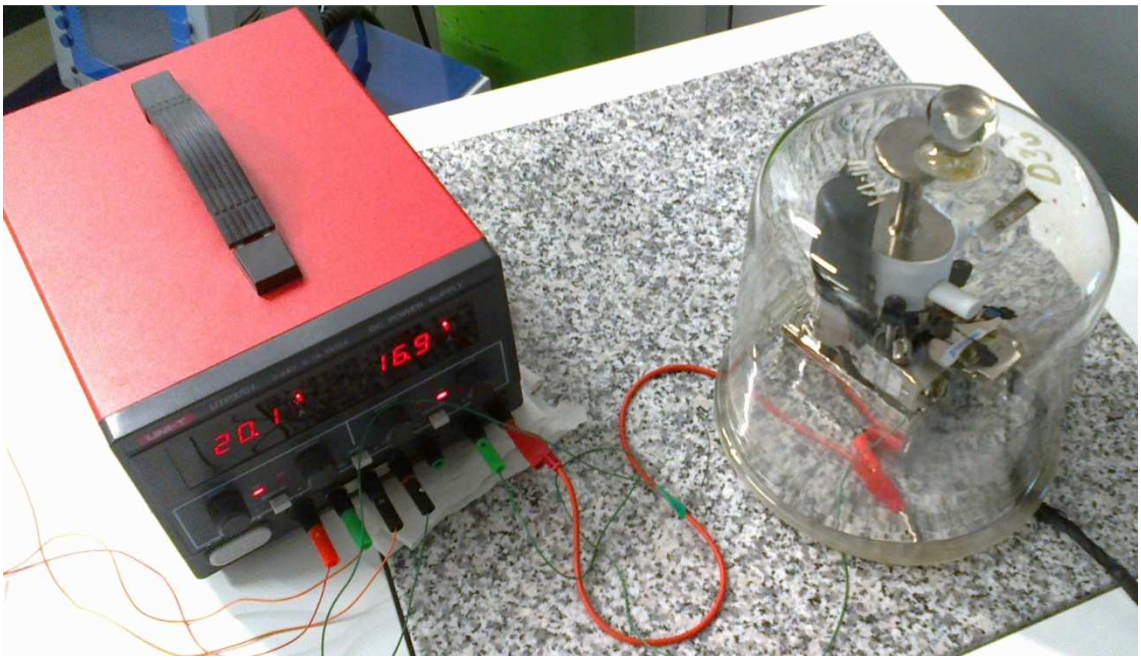


*Obrázek 7: THT2 senzor s převodníkem RS485 na USB*




*Graf 1: Přesnost měření vlhkosti THT2 senzoru* [13]

Zdroj stejnosměrného napětí UTP 3701 (obrázek 8) slouží k vytvoření napětí v kapalinovém menisku mezi hrotem a vzorkem. Jak bylo řečeno výše, je meniskus důležitý pro oxidaci povrchu. Důležitým parametrem ovlivňujícím rychlost a plochu oxidace je napětí, u zdroje UTP 3701 je rozsah napětí 0–24 V.



*Obrázek 8: Zapojení mikroskopu AFM Explorer v režimu LON*

### 3.1.1. Postup silové litografie na mikroskopu AFM Explorer

Na počátku silové litografie na přístroji AFM Explorer je třeba připevnění hrotu (nalepení) k magnetické podložce, která je teprve následně umístěna do magnetického držáku (obrázek 9). Po tomto kroku se vzorek připevní k základně mikroskopu (obrázek 10). Následně se hlava umístí na základnu. Je potřeba klást velký důraz na to, aby se hrot nedotkl vzorku, jelikož by mohlo dojít k jeho ulomení či poškození vzorku. Po spojení (obrázek 6) snížíme pomocí šroubů vzdálenost mezi hrotem a vzorek, je třeba, aby přístroj zůstával v mírném dopředném náklonu vzhledem k podložce.

Po mechanické části se spustí stejný program jako při LON. Postupy v softwarové části se neliší, výjimkou je pouze následné provedení silové litografie.

### 3.1.2. Postup LON na mikroskopu AFM Explorer

Při provádění LON je potřeba využít vodivého hrotu a povrchu, který bude oxidován. Pro tato měření byly použity vodivé hroty s označením DCP 20 (od firmy NT-MDT) a nevodivé hroty, na které byla nanesena zlatá nanovrstva, jenž zajistí vodivost. Tyto hroty se připevňují k magnetické podložce, která je následně umístěna do hlavy mikroskopu. Aby nedošlo k poškození jednotlivých částí mikroskopu, tak je podložka s hrotem odizolována pomocí zelené izolační pásky (obrázek 9).

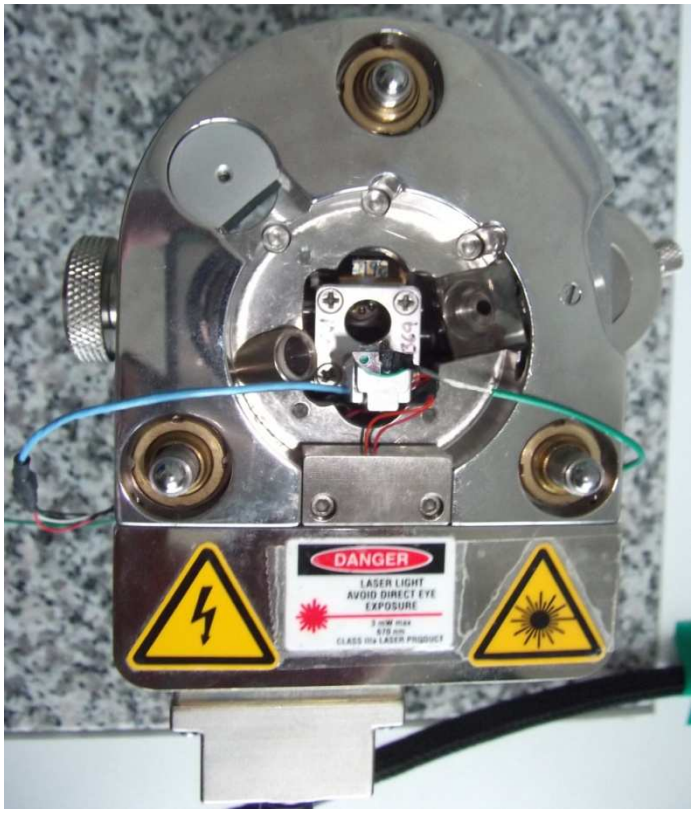
Podložní sklíčka, na nichž byly naneseny nanovrstvy titanu, se připevňují k železným podložkám, jelikož v základně mikroskopu jsou umístěny permanentní magnety, jejichž účelem je držení vzorku. Aby LON probíhala podle předpokladů, je důležité, aby byl odveden náboj z povrchu vzorku. Uzemnění je provedeno pomocí vodivého drátu, jenž je v kontaktu s plochou (obrázek 10).

Dalším krokem je umístění měřící hlavy mikroskopu na základnu (obrázek 6) a přiblížení k povrchu pomocí jemné mechaniky (nesmí se natlačit hrot přímo na povrch, jelikož by se poškodil).

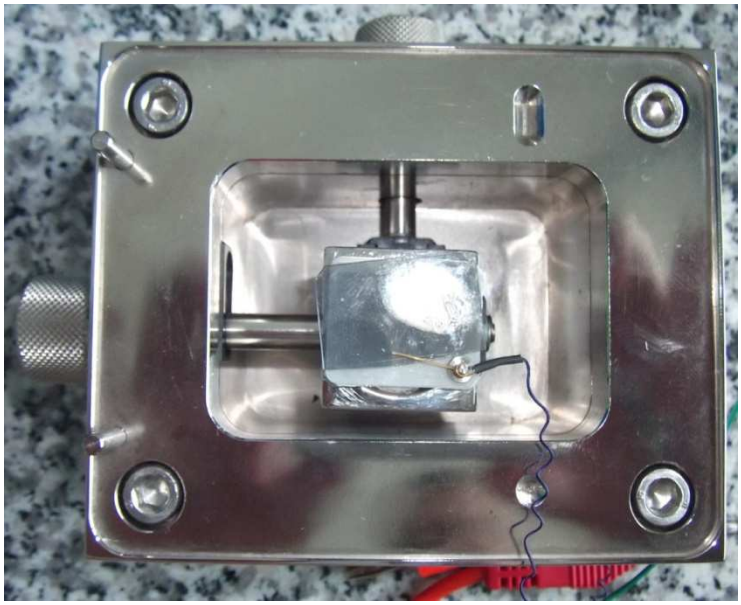
Po spuštění programu pro nanolitografii či skenování je potřeba projít jednotlivé kroky v programu. Po zapnutí laseru a jeho zaměření na nosník je potřeba vyladit jeho odraz do fotodetektoru, aby se zaznamenaly změny kmitání nosníku. Ladění probíhá manuálně, a proto je obtížné mít dostatečný signál při vycentrování odrazu laseru do fotodetektoru. Tento problém je velmi podstatný u mikroskopu AFM Explorer, jelikož hroty jsou lepeny na kovové podložky. Při mírném naklonění nosníku (okem nepozorovatelném) již není možné zaměřit odraz laseru do fotodetektoru. Po zaměření laseru je potřeba najít rezonanční frekvenci kmitů nosníku. Rozsah hodnot, kterých má nosník nabývat, je uveden výrobcem. Pokud nosník nekmitá podle parametrů výrobce, může to být způsobeno natlačením hrotu na povrch (omezení kmitání nosníku), vadou hrotu, ale nejpravděpodobnější příčinou je znečištění hrotu. To může být způsobeno předchozím použitím hrotu nebo chybou při lepení hrotu ke kovové podložce. Nakonec je automaticky hrot přiblížen do pracovní vzdálenosti. Při přibližování pomocí krokového motoru může nastat jeho zaseknutí. Tento problém je možné vyřešit pouze manuálně a to demontováním krokového motoru.

Před započetím LON je potřeba umístit nádobku s vodou k základně mikroskopu a zakrýt systém ochranným poklopem (obrázek 8). Před docílením potřebné vlhkosti se skenuje povrch a hledá místo, na němž se bude oxidace provádět. Po docílení požadované vlhkosti je možné provádět LON.

Nejdůležitější parametry při lokální oxidační nanolitografii jsou: vlastnosti hrotu, vlhkost, parametry vzorku a také napětí a doba interakce, které se nastavují při LON.




*Obrázek 9: Hlava mikroskopu AFM Explorer s připevněným hrotem*



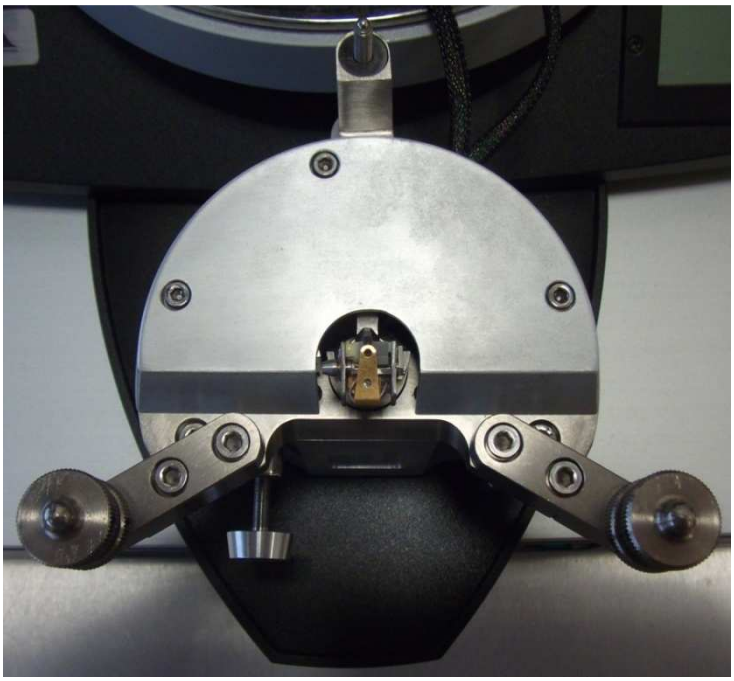
*Obrázek 10: Základna mikroskopu AFM Explorer se vzorkem nanovrstvy Ti*

## 3.2. Mikroskop NTEGRA Aura

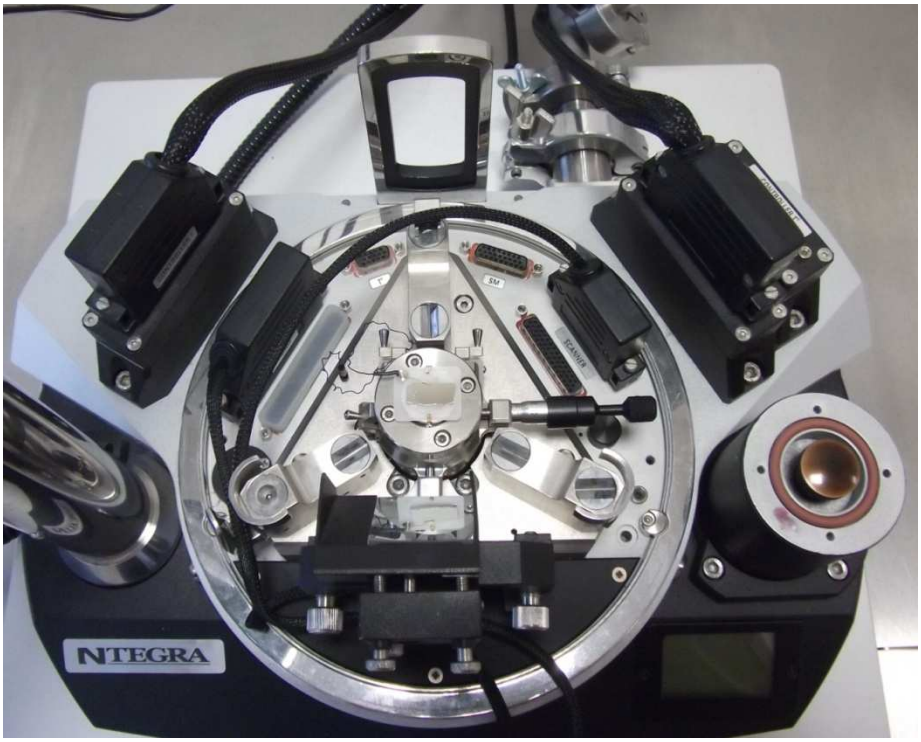
Mikroskop NTEGRA Aura od firmy NT-MDT je modernější a má větší rozsah režimů než mikroskop AFM Explorer. Nanolitografické techniky jimiž tento přístroj disponuje, jsou silová litografie a lokální oxidační nanolitografie.

Celé zařízení je složeno z několika částí (obrázek 11), těmi jsou počítačová sestava pro zpracování dat, antivibrační stolek pro tlumení vibrací z podlahy, mikroskop NTEGRA Aura s kamerou a ochranný poklop pro snížení vlivu prostředí, popřípadě vytvoření prostoru se zvýšenou vlhkostí. Samotný mikroskop má dvě hlavní části, jimiž jsou hlava mikroskopu (obrázek 12), do které se umisťuje hrot a základna mikroskopu (obrázek 13), kde se umisťuje vzorek.

*Obrázek 11: Mikroskop NTEGRA Aura*



*Obrázek 12: Hlava mikroskopu NTEGRA Aura*




*Obrázek 13: Základna mikroskopu NTEGRA Aura*

## 3.3. Naprašovačka Q150T ES

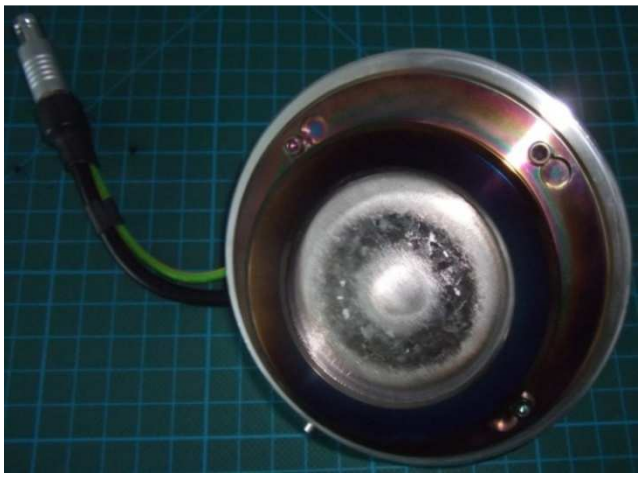
*Obrázek 14: Naprašovačka Q150T ES*

Q150T ES je vysokorozlišovací naprašovačka kovů a vysokovakuová odpařovačka uhlíku od firmy Quorum Technologies. S pomocí tohoto zařízení můžeme vytvořit nanometrové až mikrometrové vrstvy.

Vrstvy se vytváří pomocí argonového plynu, který se změní na plazmu pomocí proudu o hodnotě až 150 mA. Hodnota proudu je důležitá pro rychlost odprašování materiálu z terčíku. Výhodou přístroje je možnost měnit terčíky z různých materiálů a tím vytvořit na sobě i několik vrstev různých materiálů. Jelikož je možné mít přidělaný pouze jeden daný terčík, tak se mezi jednotlivými vrstvami musí komora otevřít, tím dochází ke styku tenké vrstvy se vzduchem a může dojít k její oxidaci. Při naprašování vrstev se jejich tloušťka ověřuje pomocí piezokrystalu, na který též dopadají částice z terčíku. Vycházíme z předpokladu, že naprašování probíhá rovnoměrně po celé ploše a známe parametry naprašované látky.

### 3.3.1. Vytváření vrstev pomocí naprašovačky Q150T ES

Na počátku vytváření vrstev je potřeba umístit potřebný terčík do hlavy naprašovačky (obrázek 15). Po jeho připevnění se hlava upevní do naprašovačky a do držáku pro vzorky se umístí laboratorní sklíčka, na kterých má být vrstva vytvořena. Posledním manuálním krokem je odkrytí piezokrystalu (obrázek 16) a puštění argonu. V softwarové části se vybírá materiál (jehož důležitým parametrem je hustota) a rychlost, s jakou se má držák vzorků otáčet, rotace by měla pomoci k vytvoření rovnoměrných vrstev. Poslední částí je vybrání režimu pro naprašování, ve kterém jsou podstatné údaje materiál terčíku (musí se shodovat s materiálem z předchozího kroku), tloušťka požadované vrstvy, velikost proudu (proudem je ovládána rychlost odprašování) a maximální doba naprašování.



*Obrázek 15: Hlava naprašovačky s Ti terčíkem*

*Obrázek 16: Držák vzorků a piezokrystal*

## 3.4. Skenovací elektronový mikroskop

*Obrázek 17: Skenovací elektronový mikroskop VEGA 3 LMU*

Skenovací elektronový mikroskop VEGA 3 LMU (SEM) je elektronový mikroskop, jenž zobrazuje povrch vzorku pomocí pohybujícího se svazku elektronů. S využitím různých detektorů je možné sledovat nejen morfologii vzorku, ale i zjišťovat, z jakých materiálů je vzorek vyroben.

Jednou z nejdůležitějších částí elektronového mikroskopu je elektronový tubus, kde se nachází zdroj elektronů a elektromagnetické čočky. Jedním z možných zdrojů je například $LaB_6$. Další důležitou částí je urychlující napětí, které zvýší energii elektronů na danou hodnotu v rozmezí 0,2–30 keV. Po získání energie je potřeba elektrony usměrnit do paprsku, to se provede pomocí elektromagnetických čoček. Pro získání požadovaného rozlišení či snížení problému s astigmatismem se využívají různé typy cívek. V komoře, do které se umisťuje vzorek, je též jako v elektronovém tubusu vytvořeno vakuum. Tlak v komoře se vzorkem je vyšší než tlak v tubusu. Při měření se využívá dvou typů detektorů, těmi jsou SE – detektor sekundárních elektronů, BSE – detektor zpětně odražených elektronů. Součástí přístroje je i detektor EDS – detektor charakteristického RTG záření, s jehož pomocí je možné zjistit prvkové složení vzorku.

# 4. Výsledky měření

Svoji diplomovou práci navazuji na bakalářskou práci „Využití SPM přístrojů NanoEducator a NTEGRA Aura v nanolitografii“. Z toho důvodu jsem pro prvotní měření používal materiál, jenž byl využit i v mé bakalářské práci a tím je křemík. Po zakoupení naprašovačky Q150T ES mi bylo umožněno využívat i další materiály. Pro další měření jsem si vybral dva materiály, ze kterých jsem vytvořil nanovrstvy, těmito materiály jsou titan a železo. Jelikož mikroskop NTEGRA Aura patří Regionálnímu centru pokročilých technologií a materiálů, tak není možné, abych ho využil v potřebném časovém rozsahu. Z toho důvodu využívám ve své diplomové práci i mikroskop AFM Explorer, jenž rozšiřuji o možnost lokální oxidační nanolitografie. Abych si ověřil správné fungování nanolitografie, tak využiji naprášené vrstvy železa, na kterých bude oxidace nejvýraznější a porovnám data z mikroskopu NTEGRA Aura s daty od mikroskopu AFM Explorer.

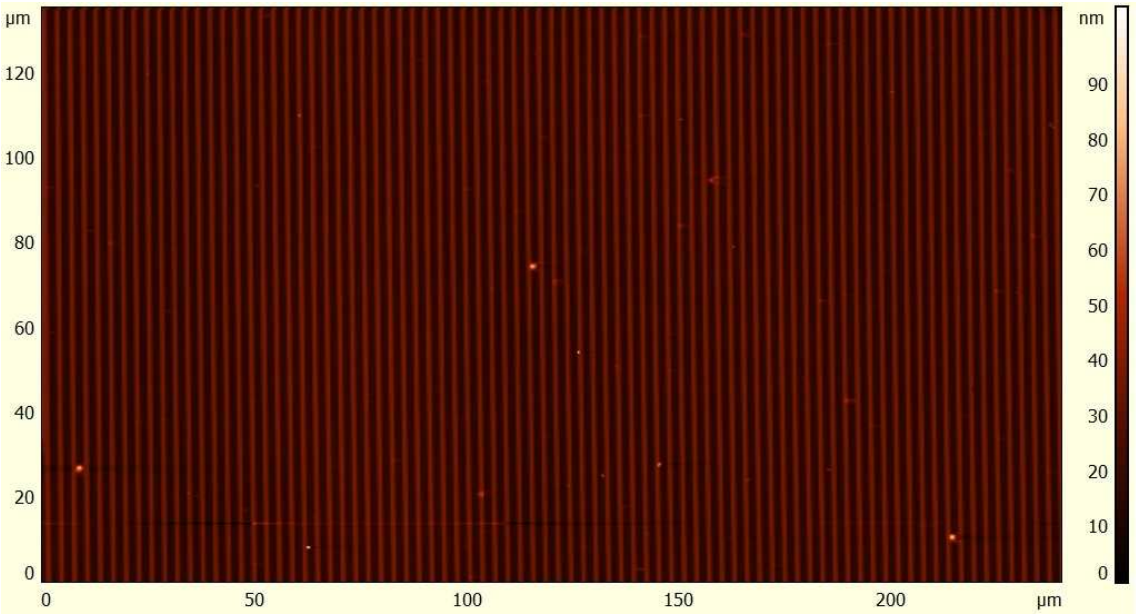
Důležitým parametrem, jenž ovlivňuje výsledky v LON, je vlhkost. Zjišťování relativní vlhkosti, při které se podaří zoxidovat křemík, bylo součástí mé bakalářské práce. Rozmezí hodnot relativní vlhkosti, u kterých se oxidace podařila na mikroskopu NTEGRA Aura, je 57–73% [1]. Jelikož využívám převážně titan, tak je mým cílem zjistit podmínky, při kterých jsem schopen LON provést na titanu. Z kapitoly 2.2 vyplývá, že pro titan je možné využívat relativní vlhkost už od hodnoty 20%.

Při vyhodnocování dat, je velmi důležité uvést, za jakých podmínek bylo měření prováděno. Jelikož jsou přístroje umístěny v laboratořích, tak se teplota pohybuje kolem pokojové teploty. Slabé výkyvy teplot nejsou tak dominantním parametrem, proto není třeba ji dále uvádět. Podobná závislost je i s tlakem. Jelikož mírné změny tlaku v místnosti neovlivní měření, není třeba hodnotu tlaku uvádět. Proto lze uvést, že nejdůležitějším parametrem je „ticho“, tedy prostředí, ve kterém nebudou žádné vibrace. Při měření je velmi důležité uvést, v jakém režimu bylo měření prováděno. Tedy jestli u metody AFM bylo použito poklepového režimu (tapping mode) nebo kontaktního režimu (contact mode). Všechna měření profilu povrchu v mé práci byla prováděna v poklepovém režimu, jedinou výjimkou je lokální oxidační nanolitografie, kde využívám jak poklepového tak kontaktního režimu.

## 4.1. Data mikroskopu NTEGRA Aura

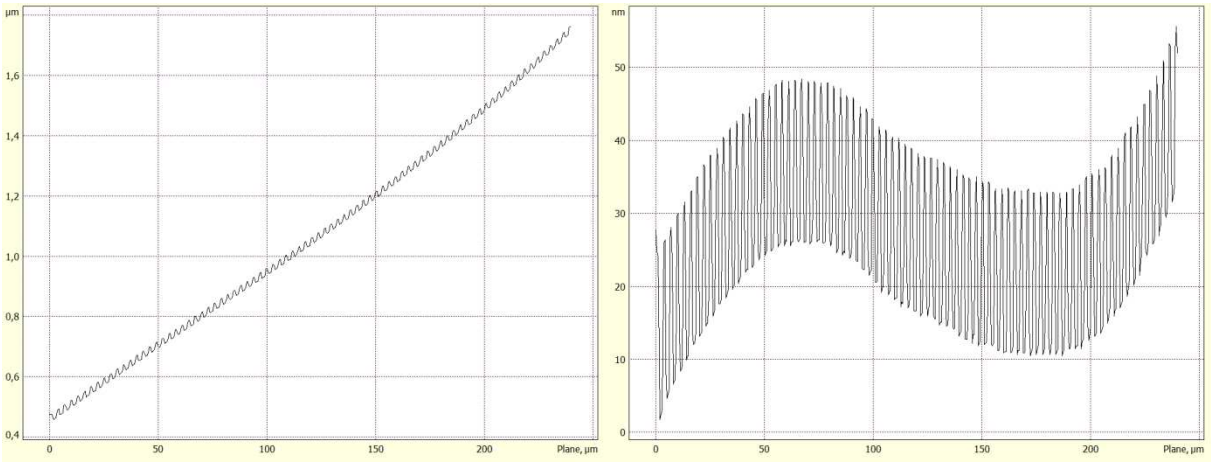
Před započetím samotné lokální oxidační nanolitografie, je potřeba získat profilová data povrchu, abychom věděli, na kterém místě můžeme samotnou litografii provést, či jestli je povrch pro litografii dostatečně čistý (obrázek 20, 21, 22). Při měření profilu povrchu je dobré mít potvrzení, že získané hodnoty rozměrů skenované oblasti jsou skutečné (tedy, že naměřená hodnota 6 μm, je opravdu 6 μm nikoli jiná). Tím se nabízí možnost využití kalibračních mřížek, které mají definovanou periodu a výšku schodů.

Pro mikroskop NTEGRA Aura byla využita kalibrační mřížka s označením TGZ1. Podle parametrů udaných výrobcem kalibrační mřížky je výška schodků 20,5 nm ± 1 nm a rozteč jednotlivých schodů 3 μm ± 0,1 μm. Pomocí této mřížky, nelze přesně určit přesnost v ose Z, jelikož oxidace, kterou budeme provádět je v řádech nanometrů, zatímco výška schodu v řádu desítek nanometrů.



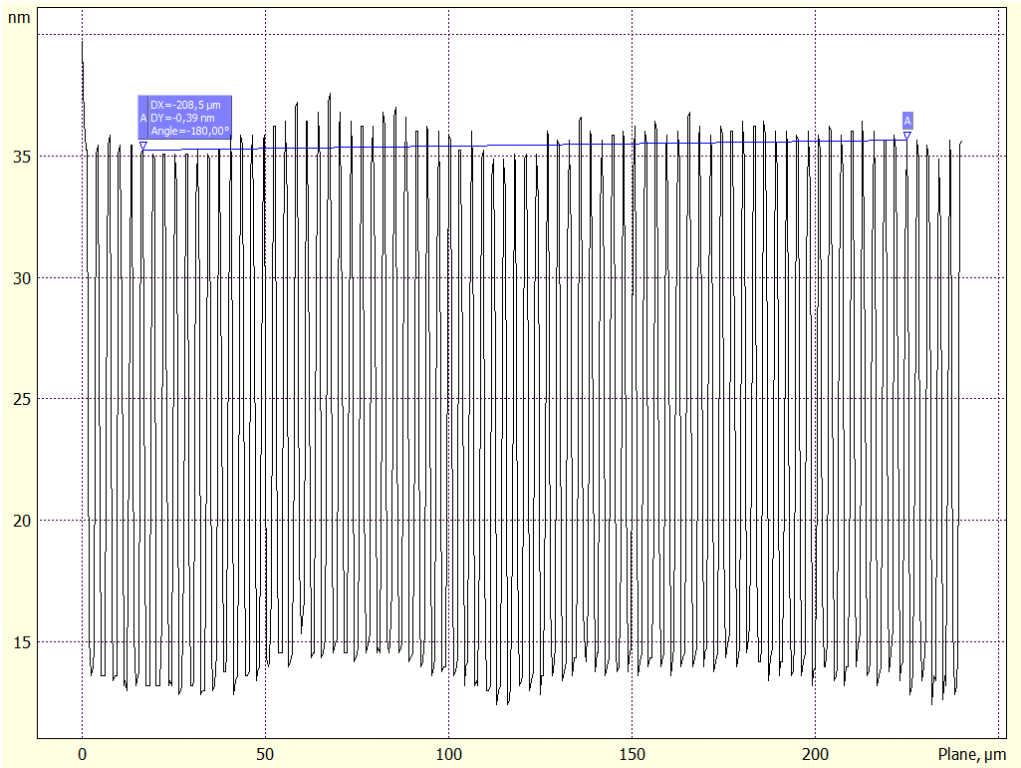

*Obrázek 18: 2D Kalibrační mřížka TGZ1*

Pro zpracování získaných dat z mikroskopu NTEGRA Aura, je využit program Image Analysis 2.1.2. Jedním z důležitých kroků v tomto programu je využití 1D vyrovnávací korekce. Pomocí této aplikace dojde ke korekci dat vzorku, v závislosti na použitém řádu polynomu (Polynomial Order), jenž může nabývat hodnot 1 – 10 (graf 2, 3) a pomocí vhodného řádkování (Fit line) podle osy X nebo osy Y.



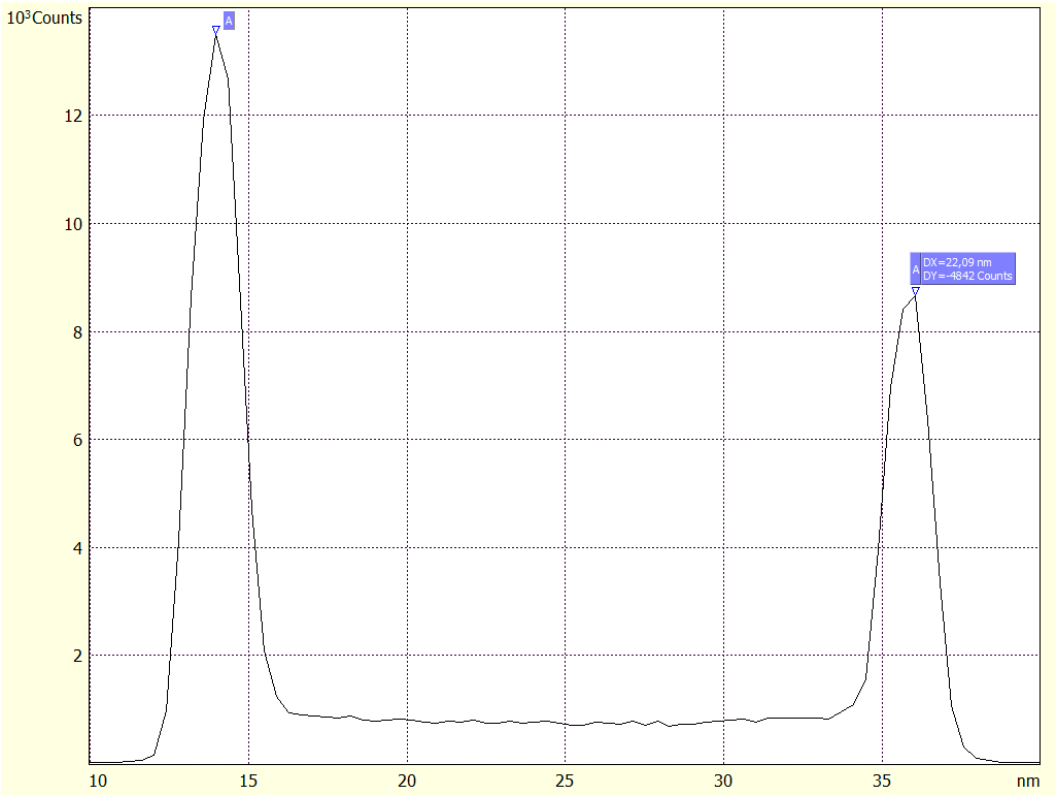

*Obrázek 19: Kalibrační mřížka TGZ1 - porovnání korekce dat*

Na obrázku 19 jsou zobrazeny 2 grafy. Graf nalevo je zobrazení profilu kalibrační mřížky TGZ1 bez použití 1D korekce dat. Lze vidět, že mřížka není umístěna rovnoběžně s pohybem skeneru. Náklon na 200 µm je přibližně 1µm. Tato hodnota je velmi vysoká při měření nanometrových objektů, proto je potřeba ji odstranit a k tomu se využije 1D korekce. Při porovnání pravého grafu na obrázku 19 a grafu 2, je vidět že lepší je využití 2. řádu polynomu. Současně je zde využito fitování podle osy X (kolmo na schody mřížky).




*Graf 2: Kalibrační mřížka TGZ1 - řád polynomu 2*

Při proměření dat z mikroskopu byla pro přesnost proměřena třikrát rozteč 70 schodů. První rozteč má 208,5 µm, hodnota druhé je 208,1 µm a hodnota třetí rozteče je 208,5 µm. Z naměřených hodnot roztečí, se spočítá, že průměrná hodnota periody schodů je 2,98 µm. Při porovnání naměřené vzdálenosti jednotlivých schodů a údaje daného výrobcem u kalibrační mřížky TGZ1, dochází ke shodě periody, tedy že měření v ose X je přesné. Pro přesné změření výšky schodů, v ose Z, se využilo histogramu. Z dat v grafu 3, lze vyčíst výška schodů, která má hodnotu 22,09 nm.

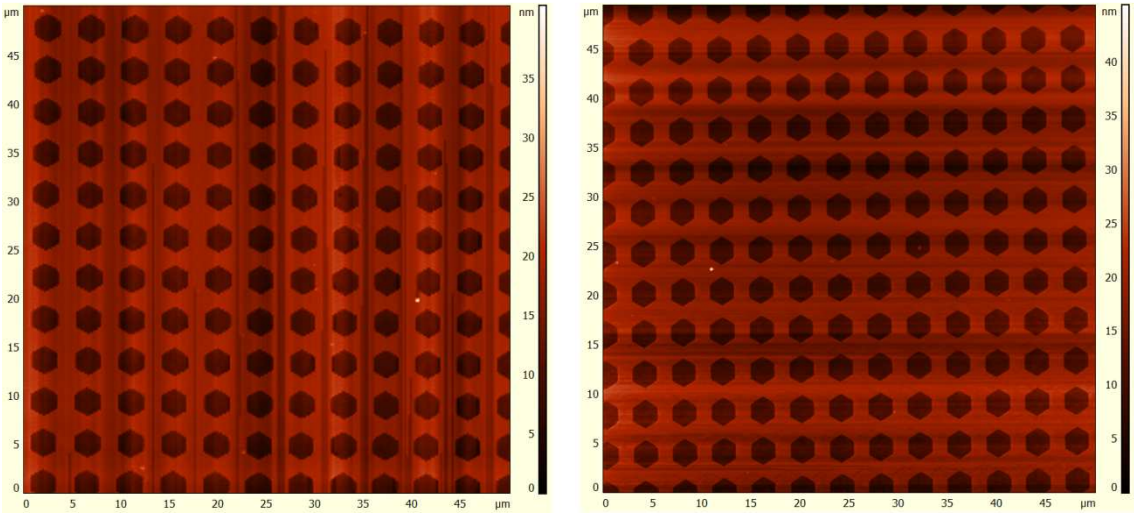



*Graf 3: Histogram kalibrační mřížky TGZ 1*

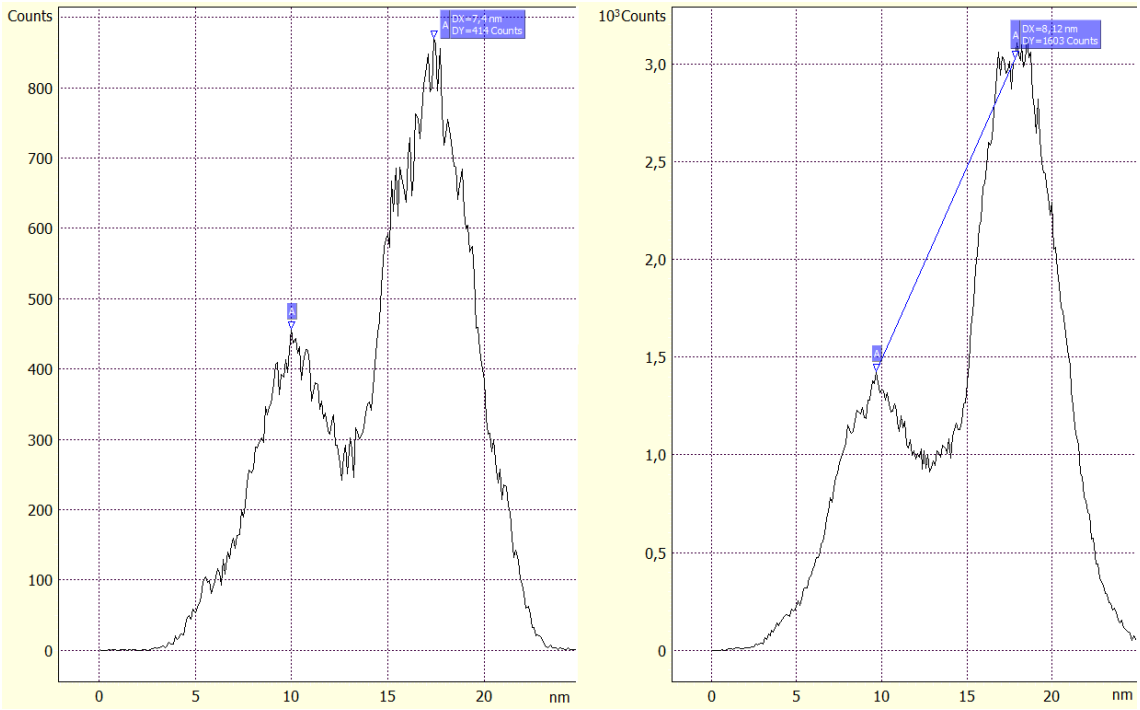
Pro přesné zkalibrování osy Z se využije kalibrační mřížky H8, kde by výška vzoru měla být 7,1 nm. Současně se této mřížky využije ke zjištění, jak silně je ovlivněno měření s využitím linearizace XY a bez využití linearizace XY. Celý princip linearizace XY slouží k ověření, že použité napětí na piezokrystal způsobí požadovaný posun. Tedy, že se při nelineární závislosti napětí na piezokrystalu bude hlídán posun pomocí kapacitních detektorů.

Při zapnutí a vypnutí linerazice XY, byla pozorovatelná první změna. Velikost plochy bez linearizace XY byla 100 µm × 100 µm a při použití linearizace XY se

velikost plochy zmenšila na 92,968 µm × 92,968 µm. Velikost nepřesnosti, které se lze bez linearizace XY dopustit je přibližně kolem 8 %.




*Obrázek 20: Kalibrační mřížka H8 – vlevo bez linearizace, vpravo s linearizací*



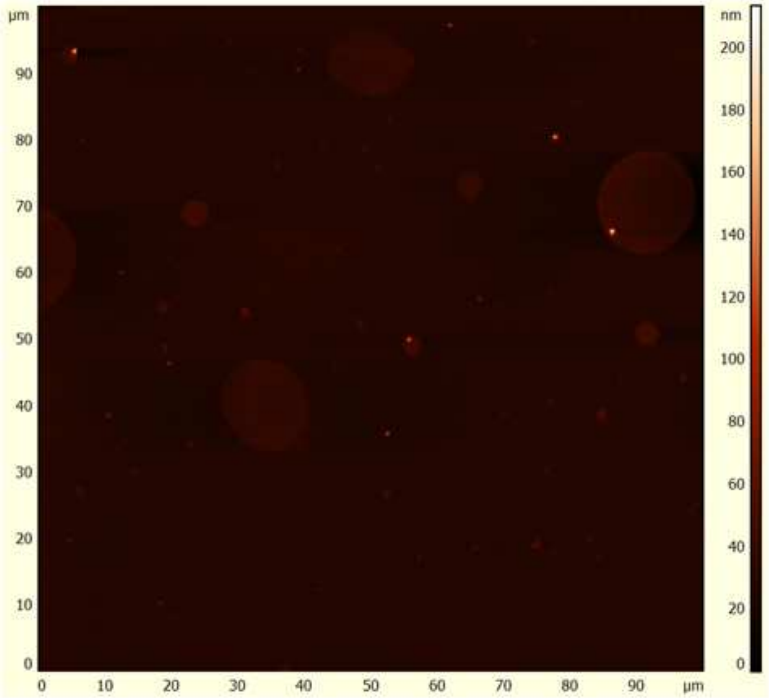

*Graf 4: Histogram kalibrační mřížky H8 – vlevo bez linearizace, vpravo s linearizací*

Z obrázku 20 lze odhadnout, že vzor, který je zde zobrazený bude pravidelný šestiúhelník, proto lze z této úvahy zjistit nepřesnosti měření pomocí změřených šestiúhelníků. Současně lze ověřit nepřesnost 8 % způsobená měřením bez linearizace XY. Při změření vzdálenosti jednotlivých vzorů ve směru měření s linearizací a bez

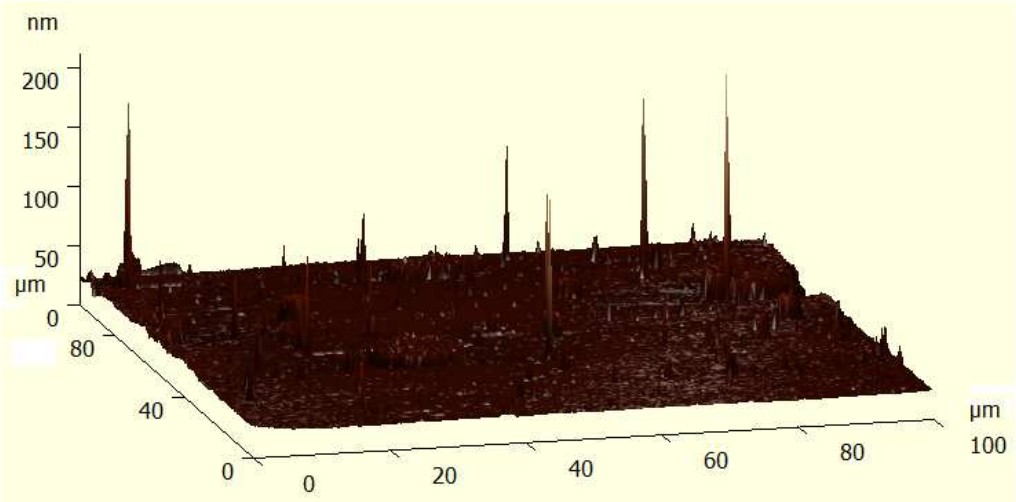
linearizace zjistíme, že nepřesnost je 9,0–9,5 %. Při proměření velikosti jednotlivých šestiúhelníků zjistíme, že nepřesnost velikostí v ose X je 9,0%. Při změření diagonálních směrů šestiúhelníků zjistíme nepřesnost 10-12%. Rozdílné nepřesnosti jsou způsoby tvarem hrotu, směrem, ve kterém se hrot pohybuje a následně také 1D či 2D srovnávací korekcí dat.

Z histogramů lze vyčíst výšku vzoru, která pro měření bez linearizace XY má hodnotu 7,4 nm a pro měření s linearizací XY je hodnota 8,12 nm, což je způsobeno různými kalibračními koeficienty. Logicky by linearizace v osách XY neměla mít vliv na hodnotu v ose Z, ale nabývá vlivu, protože mřížka není umístěna dokonale vodorovně (výškový rozdíl v mikrometrech) a je proto potřeba provést srovnávací korekci dat. Tato korekce sice data upraví do dobře prezentovatelného tvaru, ovšem dojde k jejich zkreslení. Proto je důležité zjistit, která srovnávací korekce dat je nejvhodnější a dochází k nejmenší ztrátě požadovaných dat.

Po provedení měření na kalibrační mřížce a zkalibrování přístroje, následuje proměření profilu povrchu nevyčištěné plochy křemíku. Důvodem, proč využít nevyčištěnou plochu je to, abychom viděli, co se stane s křemíkem, když ho ponecháme na vzduchu po dobu několika dní a zda je nutné křemík před samotnou litografií vyčistit.



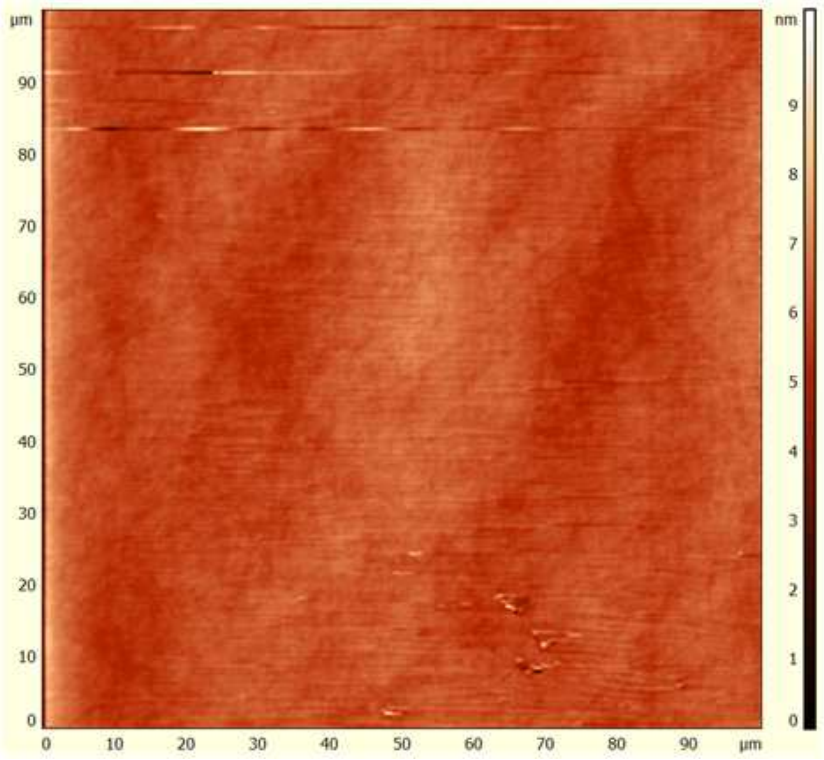

*Obrázek 21: Nevyčištěná plocha*




*Obrázek 22: 3D zobrazení nevyčištěné plochy*

Na obrázcích 21 a 22 je zobrazen povrch nevyčištěné křemíkové destičky, která byla ponechána na vzduchu po dobu několika dní. Na obrázku 21 jsou vidět světlejší plochy a body, které znamenají vyvýšeninu způsobenou nánosy nečistot (prachu, apod.) na zoxidovaném křemíku. Že je povrch znečištěn, je možné poznat i podle osy X, která nabývá hodnot 0–200 nm. Výška oxidace nemůže být z tohoto profilu změřitelná, může být pouze odhadnuta z nadcházejících měření na několik nanometrů (cca do 3 nm).

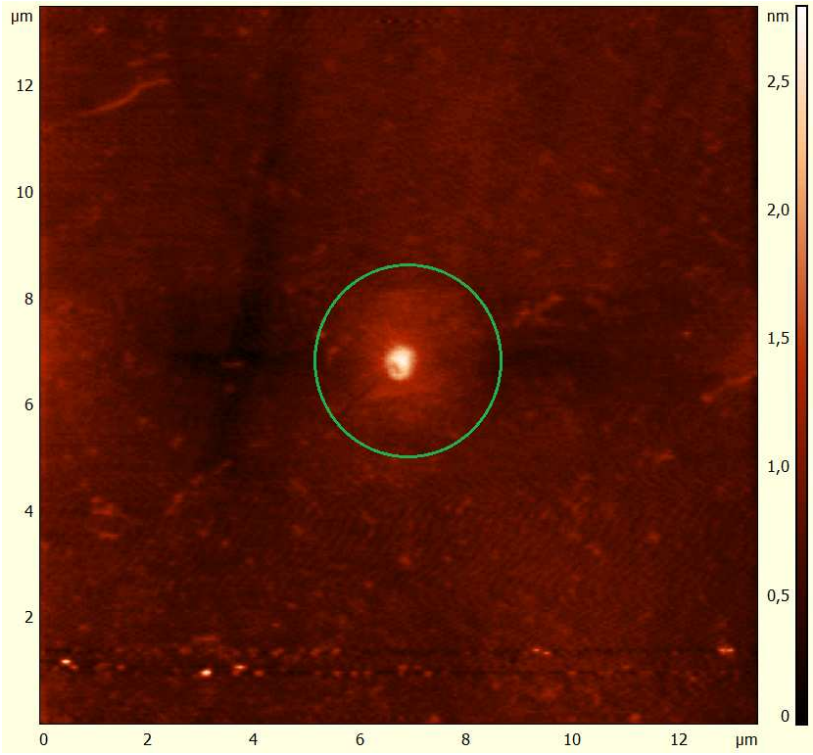
Pro zbavení se nečistot je potřeba očistit povrch. Jelikož při čištění povrchu je potřeba práce s kyselinou, tak se využije odborné pomoci chemika, jenž připraví 5% kyselinu fluorovodíkovou, která má za účel odstranit zoxidovaný křemík a většinu nečistot. Do kyseliny je destička nevyčištěného křemíku vložena po dobu 2 minut. Je důležité, aby doba vložení křemíku do kyseliny se neprotáhla na desítky minut či více, jelikož by došlo k poškození povrchu. Po vytažení je potřeba omýt povrch destilovanou vodou, abychom se zbavili kyseliny, jež ulpěla na povrchu.




*Obrázek 23: Vyčištěná plocha*

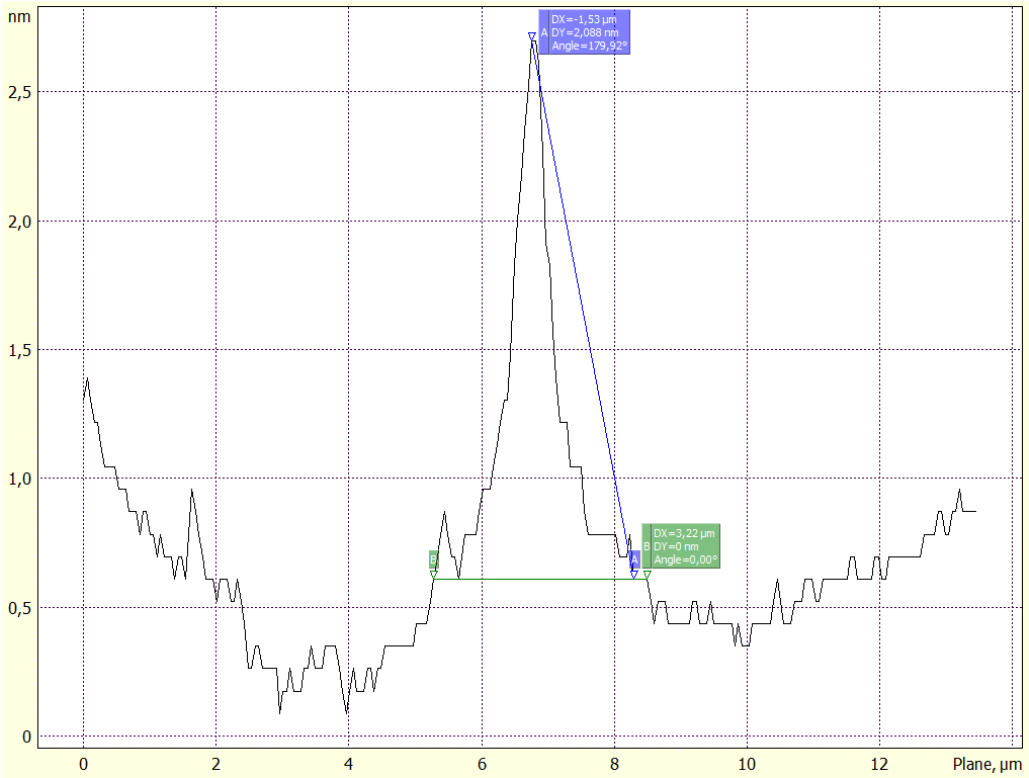
Z obrázku 23 je patrné, že je povrch vyčištěn od nečistot, již podle osy Z, která nabývá hodnot 0–9 nm. Dalších výrazných změn si lze všimnout na samotném profilu povrchu, kde lze vidět plynulé přechody bez lokálních extrémů. Na obrázku je možné si všimnout chyb, jež se nacházejí na ose Y mezi hodnotami 80–100 nm. Chyby jsou způsobeny špatným kontaktem mez hrotem a povrchem.

Před vytvořením struktury na povrchu křemíku je důležité zjistit, jak se bude křemík při oxidaci chovat. Je tedy potřeba zjistit, jak vysoké oxidace můžeme dosáhnout a jak široká bude oxidace jednoho bodu při několika minutové oxidaci. LON jednoho bodu bude probíhat při napětí 10 V, za vlhkosti 59,8 % a po dobu 5 minut.




*Obrázek 24: Oxidace jednoho bodu*

Na obrázku 24 je profil vyčištěného povrchu s oxidací v jednom bodě. Oxidace je v tomto případě dobře viditelná, jelikož použitý povrch byl předem zbaven nečistot.

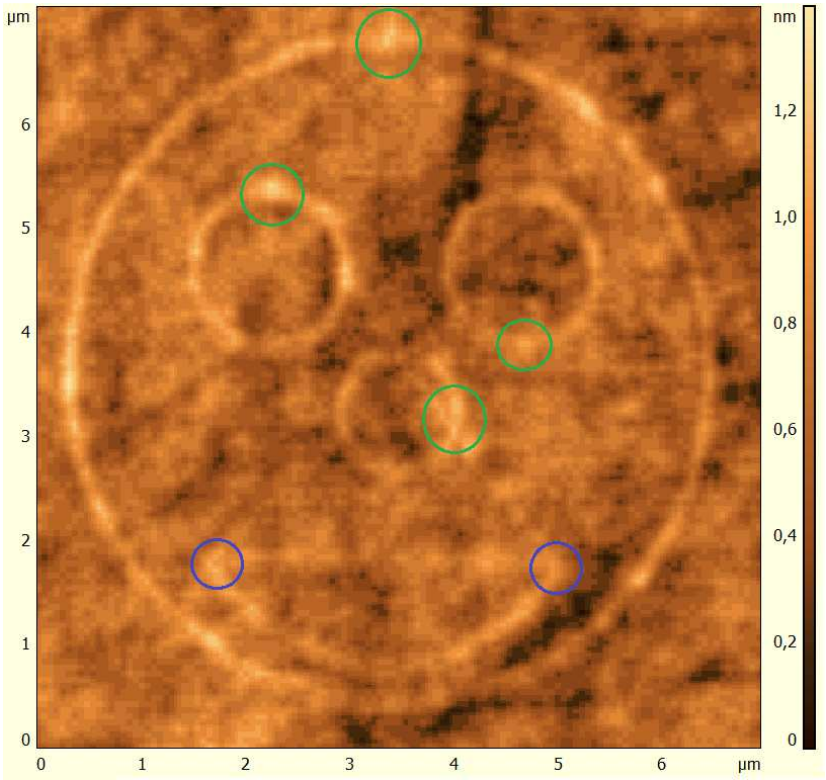



*Graf 5: Oxidace jednoho bodu*

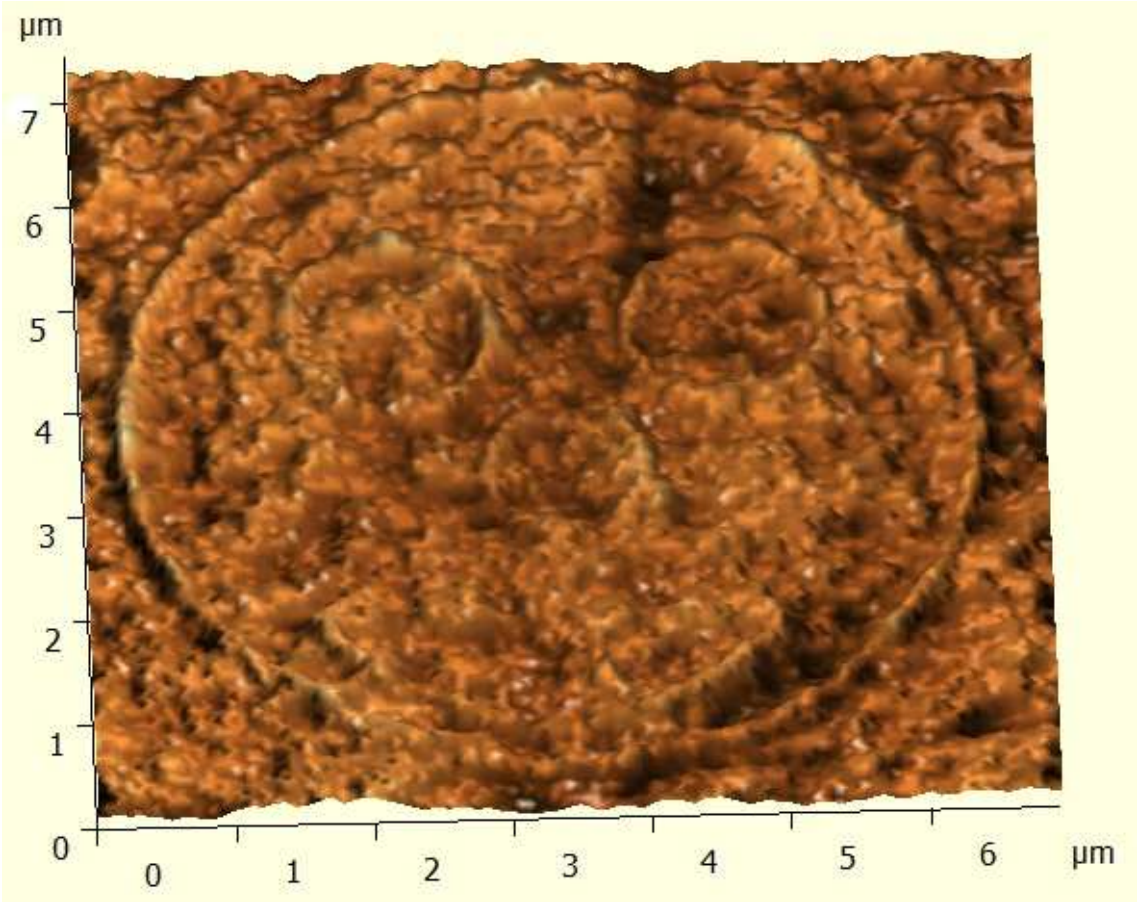
Při zjišťování šířky a výšky oxidace, je tvar daného bodu považován za ideální, tedy kruhový. Důvodem zjednodušení je snadnější popis dané oxidace, jelikož v této chvíli je možné uvažovat, že oxidace v osách X a Y probíhá rovnoměrně. Pro vyčtení hodnot oxidace se využije možnosti zobrazení horizontální výšky jednoho řádku v místě oxidace. Z grafu 5 lze vyčíst šířku ovlivněné oblasti, která je přibližně 3,2 μm. Je důležité si uvědomit, že výška oxidace je vůči nejnižšímu bodu skenované plochy (nepřesné kvůli poškrábání), proto je lepší uvažovat výšku zoxidovaného bodu vůči průměrné výšce neoxidované plochy. Z toho lze určit, že oxidace má výšku přibližně 2,1 nm. Při tvorbě součástek a zařízení ovšem není důležitá pouze výška oxidace, ale také hloubka prooxidování, jelikož oxidace slouží jako izolant. Nevýhodou této měřící metody je, že nemůžeme s jistotou říci, jak hluboko došlo k prooxidování. Nabízí se ale možnost odleptat prooxidovaný křemík a následně změřit hloubku prooxidování, popřípadě využít jiné metody.

Jednou z podstatných nevýhod lokální oxidační nanolitografie je časová náročnost pro přípravu přístroje na měření a tvorbu struktur. Aby bylo možné využít oxidace pomocí kapalinového menisku, je potřeba docílit dané vlhkosti. V našem případě to znamená počkat přibližně 40 minut, dokud se v prostoru u mikroskopu dostatečně nezvýší relativní vlhkost pomocí kalíšku s vodou. Kalíšek je umístěn pod poklopem spolu s mikroskopem a vzorkem. Takto zvyšovaná vlhkost je ale problémová, jelikož je to pasivní zvyšování. To znamená, že vlhkost bude růst do té doby, dokud neoddělám poklop mikroskopu. Tím nastává problém stabilizace vlhkosti, jelikož nadzvednutím poklopu nelze přesně regulovat snížení vlhkosti. Proto při překročení námi daného maxima, je potřeba nadzvednout poklop a tím snížit zvýšenou hodnotu relativní vlhkosti na hodnotu relativní vlhkosti v místnosti. Po opětovném umístění poklopu na mikroskop je potřeba počkat dokud se vlhkost opět nedostane na požadovanou hodnotu.

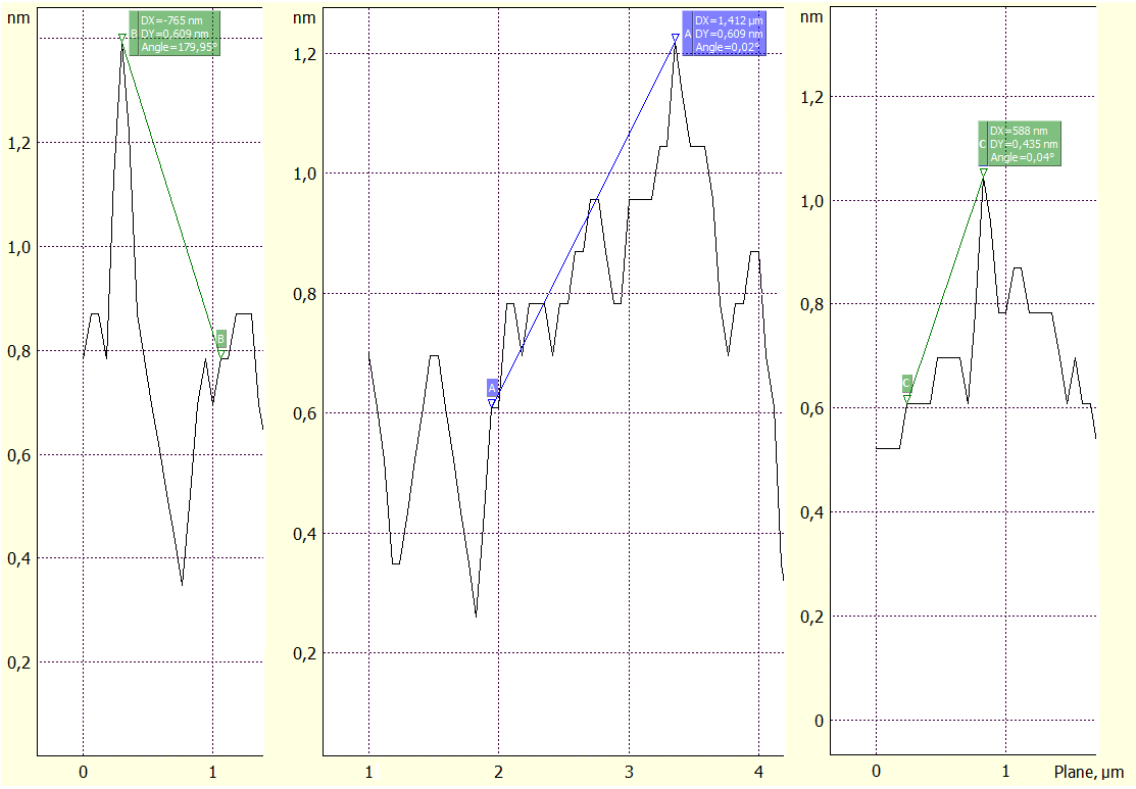
Aby bylo možné lépe pochopit a popsat průběh lokální oxidační nanolitografie, využiji data ze své bakalářské práce [1], kde je pomocí LON vytvořen smajlík, tedy struktura, jenž obsahuje jak kruhy, tak úsečku. Tyto tvary je potřeba zhodnotit a porovnat jejich odlišnost v závislosti na tvorbě. Při tvorbě smajlíka je podstatné podotknout, že LON probíhala v kontaktním režimu.




*Obrázek 25: Smajlík*




*Obrázek 26: 3D zobrazení smajlíka*



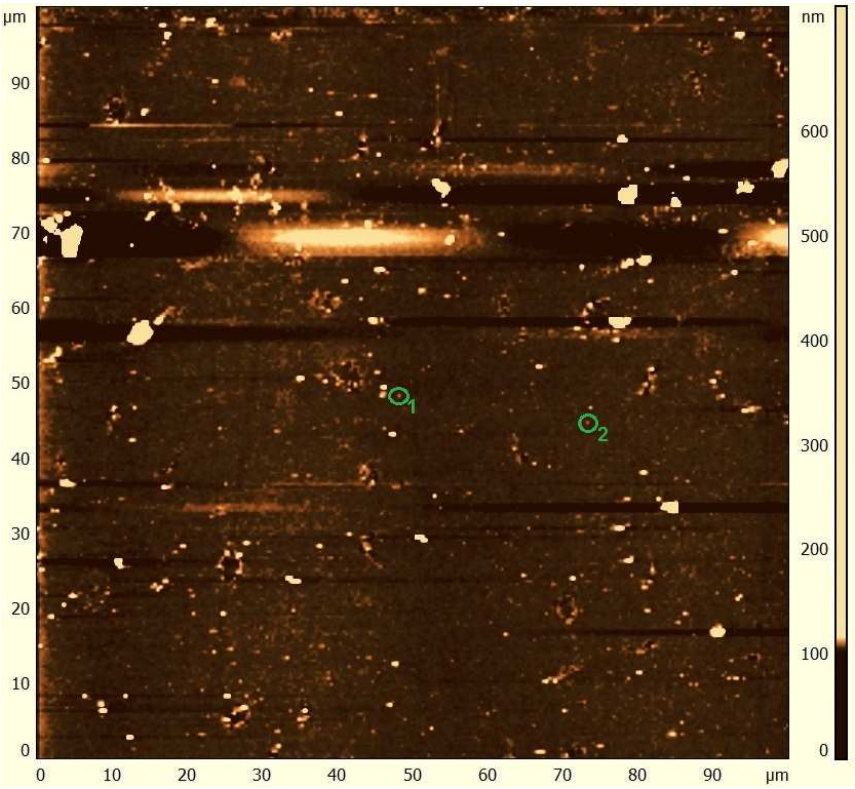

*Graf 6: Obličej - vyvýšenina při LON (vlevo), LON v koncovém bodě (uprostřed), LON bez vyvýšeniny (vpravo)*

Lokální oxidační nanolitografie smajlíka byla prováděna za relativní vlhkosti 63,8 % při napětí 10 V. Doba, po kterou působilo napětí na jednom místě je 2 000 ms. Na obrázku 25 a 26 jsou dobře viditelné kruhy, které vytvářejí obrysy hlavy, očí a nosu smajlíka. Výška, kterou dané kruhy mají je přibližně 0,2–0,5 nm (graf 6 - napravo). V horní části nad okem je vidět poškrábání (tmavší plocha), které pokračuje kolem nosu až téměř k puse, další poškrábání je v dolní části z pravé strany pusy. Pro názornější popis oxidace jsou na obrázku 25 vyznačena zelenými kruhy místa, ve kterých byl povrch více zoxidován, což je způsobeno delší dobou oxidace daného místa. Příčinnou delší doby působení je zapnutí napětí, po němž následuje daná oxidace a vypnutí napětí až po dosažení koncového bodu. V případě kruhu je to bod, ve kterém lokální oxidační nanolitografie započala. Zelené kruhy, které jsou na obrázku 25, nejsou ve stejném místě u daného kruhu, neboli větší výška oxidace není vždy na vrchu kruhu. To je způsobeno rozdílnými počátky při oxidaci. Důvodem proč mikroskop NTEGRA Aura nezačíná lokální oxidaci vždy na stejném místě (vrchu kruhu) je to, že program si pamatuje počáteční bod, ze kterého byl daný kruh nakreslen. Oxidace pusy, která je zvýrazněna modrými kruhy, nemá v koncových bodech výrazně vyšší výšku oxidace, to

je způsobeno tím, že se hrot nevrací do původního místa. Při následném porovnání výšky oxidace koncového bodu s ostatními (graf 6) bylo zjištěno, že je jeho výška přibližně o 0,1–0,2 nm vyšší. Důvodem proč není výška dvojnásobná, je ten, že se v průběhu oxidace snižuje rychlost oxidace. Tedy k dosažení dvojnásobné výšky oxidace je potřeba více než dvojnásobek času. Při prozkoumání kruhu obličeje je možné si povšimnout i míst, která jsou světlejší, neboli mají vyšší výšku. To může být způsobeno delší dobou oxidace daného místa, lepším vytvořením kapalinového menisku nebo nečistotou na povrchu. Jelikož místa jsou vyvýšená pouze na kruhu, je možné nečistoty vyloučit. Jelikož je výška daných míst podobná jako u koncových bodů v zelených kruzích a současně se využívá kontaktního režimu, domnívám se, že důvodem bude delší doba oxidace daných míst. Jelikož se pohybujeme v řádech stovek nanometrů v osách X a Y, tak může nastat problém nerovnoměrného pohybu (hrot se nad daným místem déle pozastaví), to při zapnutém napětí vede k delší době oxidace.

LON je časově náročná metoda, nejen časem potřebným pro pasivní zvýšení vlhkosti, ale i časem pro samotnou oxidaci. Čas oxidace zahrnuje přesunutí hrotu na dané místo a čas, po který působí napětí v daném bodě. Proto je velmi důležité, jak velikou strukturu plánujeme vytvořit. Dále je podstatné, jestli se využívá načtený obrázek, nebo vektorové zadání struktury. Při vektoru se hrot přemístí na počátek čáry a postupnými kroky oxiduje povrch až ke koncovému bodu. Ze zkušeností, lze říci, že vektorová oxidace trvá od desítek sekund po několik minut. Naproti tomu u obrázku se hrot pohybuje po jednotlivých souřadnicích a požadovaně oxiduje celou plochu, což oxidaci může protáhnout i do řádu hodin. Velikost oxidované plochy je proto velmi důležitá, pokud využíváme načteného obrázku místo vektorového zadání.

Do této fáze experimentální části mé diplomové práce se jako povrch, jenž byl oxidován, využíval křemík. Jelikož tento povrch nebyl praktický, z důvodu nutnosti kupovat wafery, přešlo se na materiál, který je více cenově a časově dostupný. S využitím naprašovačky Q150T ES, byly vytvořeny na površích krycích sklíček titanové vrstvy o tloušťkách do 100 nm. Jedním z důvodů proč byl vybrán titan namísto železa, je článek o vytvoření jednoelektronového tranzistoru [11].

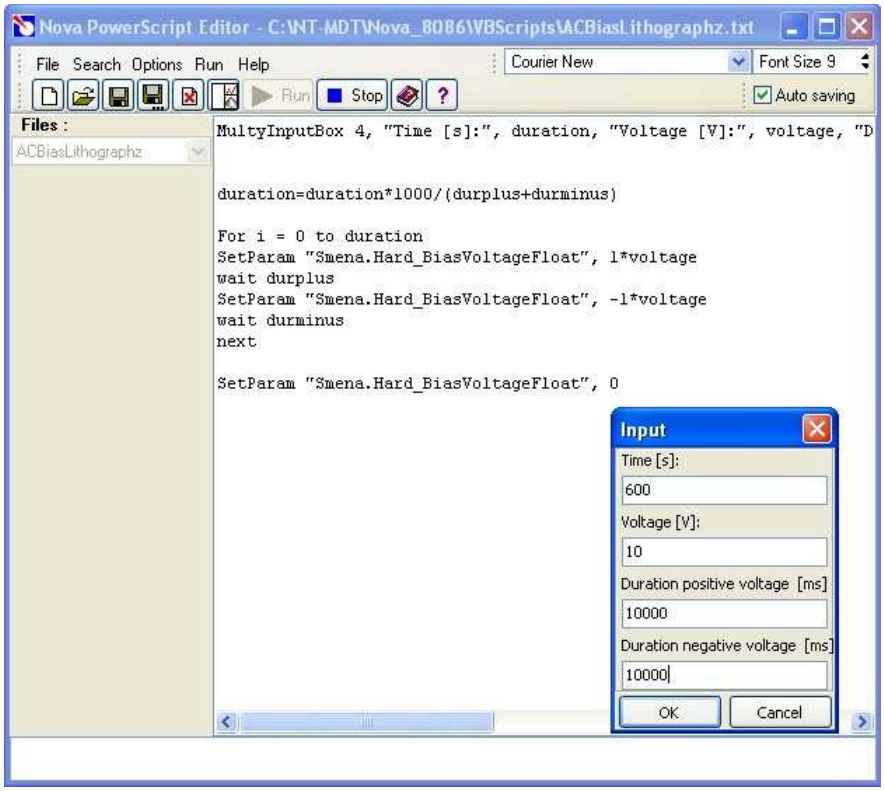



*Obrázek 27: Ti wafer - měření rychlosti oxidace*

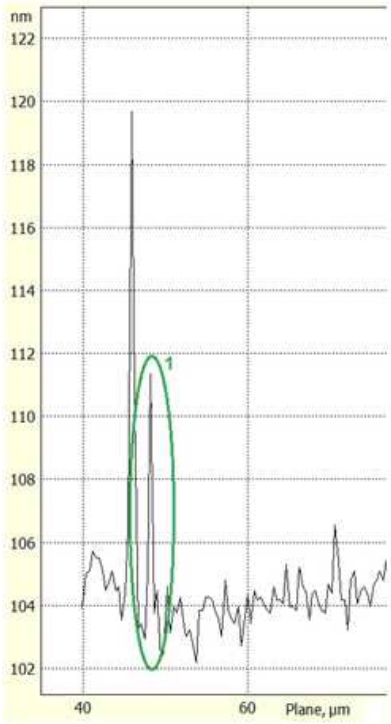
Na obrázku 27 jsou v oblasti kolem 70 µm na ose Y patrné chyby měření a proložení, avšak tyto chyby se nalézají mimo oblast s oxidací. Z porovnání dat vyplývá, že se na hrot přichytil nežádoucí materiál (vznik vyvýšenin na vzorku během měření). Zelené kruhy vyznačují 2 místa, na nichž byla prováděna bodová oxidace. Cílem bylo zjistit, jak se změní výška oxidace při použití střídavého obdélníkového napětí místo konstantního napětí. Při oxidaci dochází k navázání kyslíku na titan. Kyslík je dodáván z kapalinového menisku ($H_2O$) a tím dochází ke vzniku kladného náboje v místě oxidace. Tento náboj následně zhoršuje anodickou oxidaci, proto se nabízí možnost využít odpuzování náboje, pomocí přepnutí záporného napětí na kladné napětí. Touto metodou byl vytvořen Bod 1, k jehož tvorbě bylo použito napětí o hodnotě ±10 V. Doba působení záporného napětí trvala 2 sekundy, po níž následovalo přepnutí na kladné napětí a jeho působení po dobu 2 sekund. Celková doba oxidace byla 20 minut. Bod 2 byl oxidován napětím o hodnotě -10 V po dobu 10 minut. Aby se docílilo vyšší přesnosti při změnách napětí, sepsal jsem skript (tabulka 1) v programu Nova PowerScript Editor (obrázek 28).

```
MultyInputBox 4, "Time [s]:", duration, "Voltage [V]:", voltage, "Duration positive voltage  [ms]" , durplus, "Duration negative voltage  [ms]" , durminus


duration=duration*1000/(durplus+durminus)

For i = 0 to duration

SetParam "Smena.Hard_BiasVoltageFloat", 1*voltage
wait durplus

SetParam "Smena.Hard_BiasVoltageFloat", -1*voltage
wait durminus

next

SetParam "Smena.Hard_BiasVoltageFloat", 0
```

*Tabulka 1: Skript na ovládání napětí*

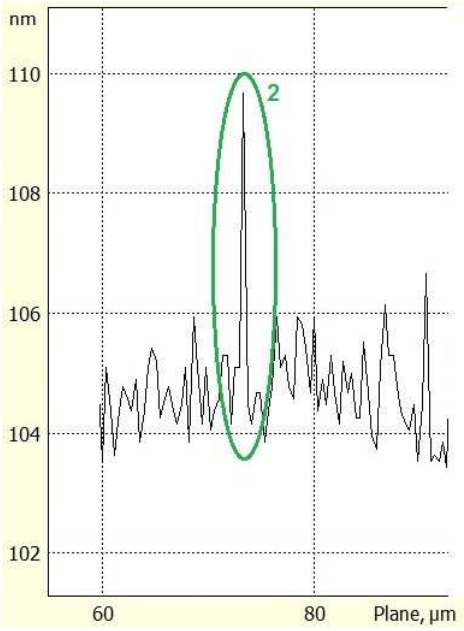



*Obrázek 28: Nova PowerScript Editor*




*Graf 7: Bod 1 – použití střídavého obdélníkového napětí*

Na grafu 7 je zvýrazněn Bod 1, jenž je vytvořený oxidací při použití střídavého obdélníkového napětí o hodnotách ±10 V. Při proměření šířky oxidace bylo zjištěno, že zoxidovaná plocha měla průměr 980 nm a bylo dosaženo výšky oxidace 7,6 nm.



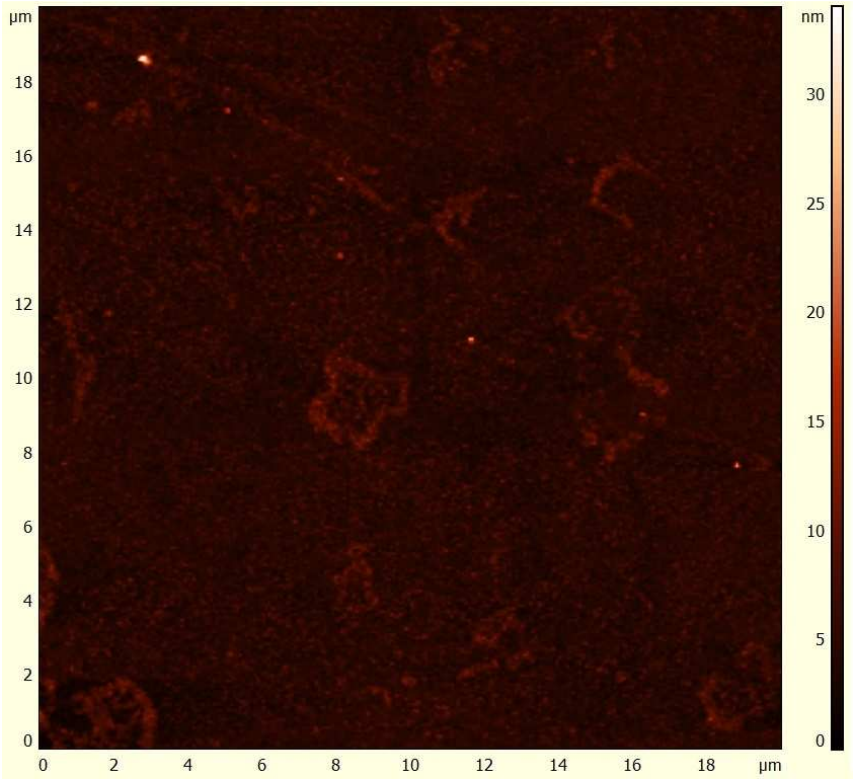

*Graf 8: Bod 2 - použití konstantního napětí*

Na grafu 8 je zvýrazněn Bod 2, který je vytvořen použitím konstantního napětí o hodnotě -10 V. Z grafu lze vyčíst, že zoxidovaná plocha má průměr 784 nm a velikost její výšky je 4,6 nm.

Z dat získaných v grafech 7 a 8 se zjistilo, že použitím střídavého obdélníkového napětí je dosaženo lepší oxidace. Při porovnání dat se zjistilo, že oxidace střídavým napětím je o 60 % účinnější, ale celková doba oxidace je dvojnásobná. Doba oxidace může být nižší při snížení doby působení kladného napětí. Avšak aby bylo docíleno stejné účinnosti v odpuzování náboje je potřeba zvýšit hodnotu kladného napětí. Jelikož u mikroskopu NTEGRA Aura je hodnota maximálního napětí ±10 V, lze tuto možnost využít spíše u mikroskopu AFM Explorer, ke kterému je připojen zdroj napětí s maximální hodnotou ±24 V.

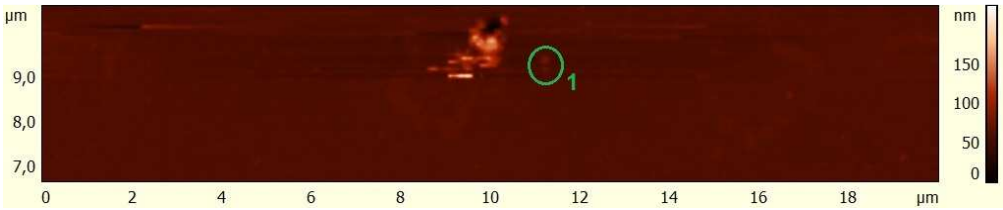
Při porovnání dat ze všech měření oxidace jednoho bodu u křemíku a titanu bylo zjištěno, že oxidace titanu je rychlejší a může dosáhnout větší výšky oxidovaného místa. Podařilo se nám ověřit, že rychlost oxidace se snižuje s přibývajícím časem. Proto i při zvýšení doby oxidace křemíku z 5 minut na 10 minut nebude dosažena stejná výška oxidace jako u titanu.

Jelikož je mikroskop AFM Explorer časově dostupnější, tak se nabízí možnost využít ho namísto mikroskopu NTEGRA Aura. Jelikož na mikroskopu AFM Explorer není režim lokální oxidační nanolitografie, je potřeba přístroj přizpůsobit. Po upravení přístroje pro LON je potřeba najít vhodný materiál, na kterém se provedou první pokusy a kalibrace přístroje. Pro zjištění druhu vhodného materiálu bylo provedeno následující měření, u něhož mělo být zjištěno, který materiál dosahuje nejvyšší možné oxidace. Materiály, které mi byly dány k dispozici, jsou železo, křemík, titan, hliník, měď, kobalt a zlato. Z těchto materiálů, se jako nejlepší volba zdálo železo, jelikož dobře oxiduje. Pro následující měření jsem vybral i hliník, který by měl být dobře oxidovatelný. Z výsledných dat pak bude vybrán materiál, který má nejvyšší rychlost oxidace a z toho vyplývající výšku oxidace. Pro přesnější a snadnější měření byl opět využit skript (tabulka 1).



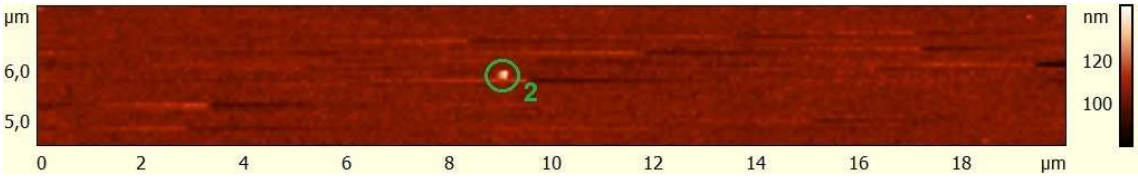

*Obrázek 29: Povrch Fe*

Na obrázku 29 je zaznamenán povrch vrstvy Fe, která byla vytvořena pomocí naprašovačky Q150T ES. Tloušťka železné vrstvy na povrchu skla je 60 nm. Povrch je pokryt nativní vrstvou oxidu a je mírně zaprášený. Na povrchu byly vytvořeny dva body, z nichž na každý bylo použito střídavého obdélníkového napětí s různou dobou trvání.



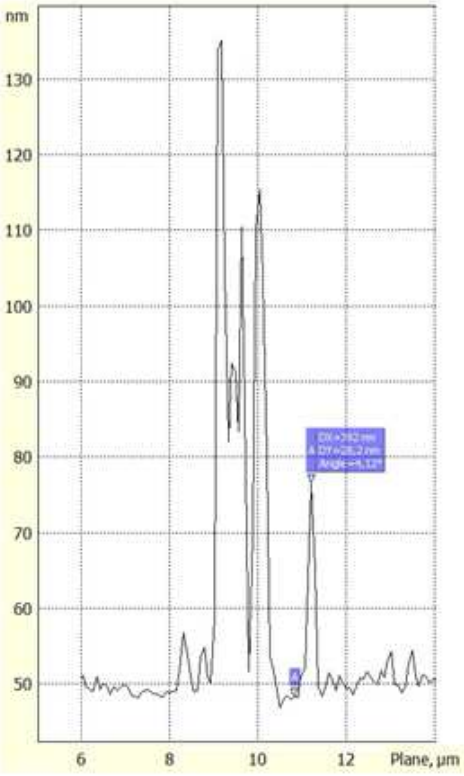

*Obrázek 30: Bod 1 - oxidace Fe*

Oxidace Bodu 1 byla provedena při střídavém obdélníkovém napětí ±10 V. Celková doba působení napětí byla 10 minut, přičemž se po 10 sekundách střídalo napětí. Relativní vlhkost, při které začala probíhat anodická oxidace, byla 59,80 %.

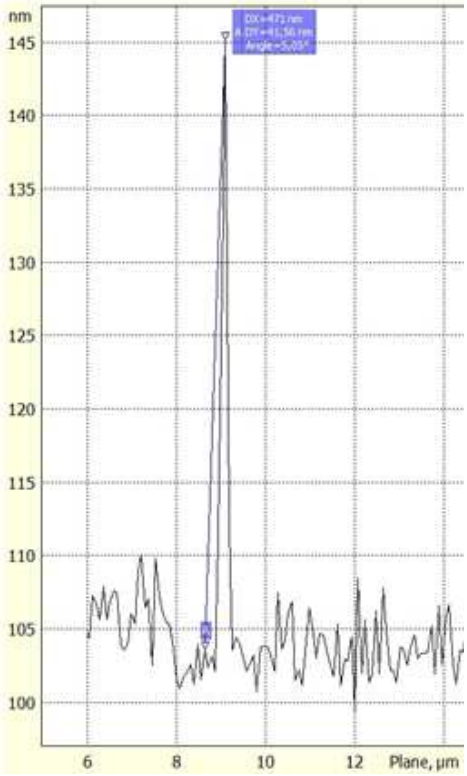



*Obrázek 31: Bod2 - oxidace Fe*

Celková doba působení napětí při oxidaci Bodu 2 byla 12 minut. Přičemž působení napětí -10 V trvalo 10 s, kdy po něm následovalo přepnutí na napětí -10 V, které trvalo 2 s. Relativní vlhkost, při které začala probíhat anodická oxidace, byla 64,04 %.

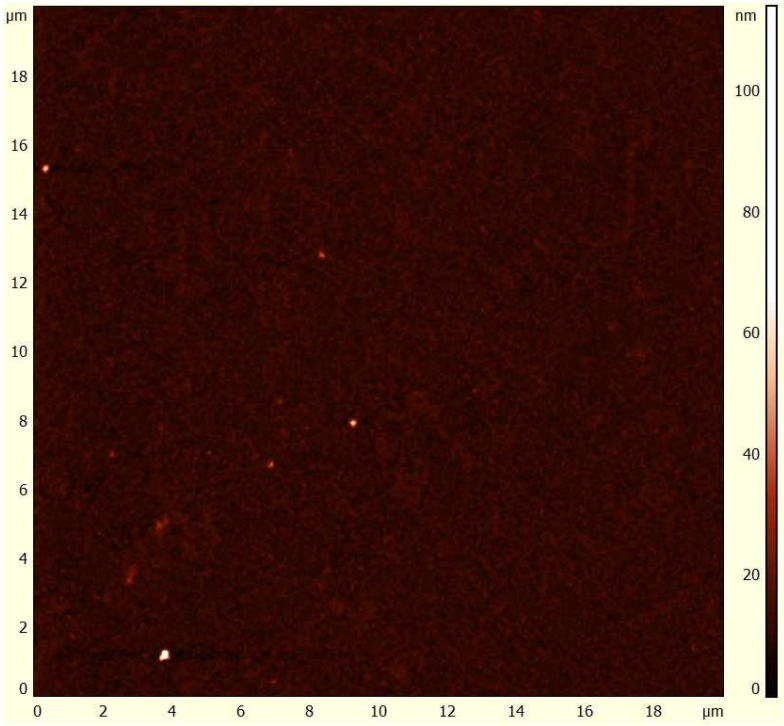



*Graf 9: Bod 1 - oxidace Fe*



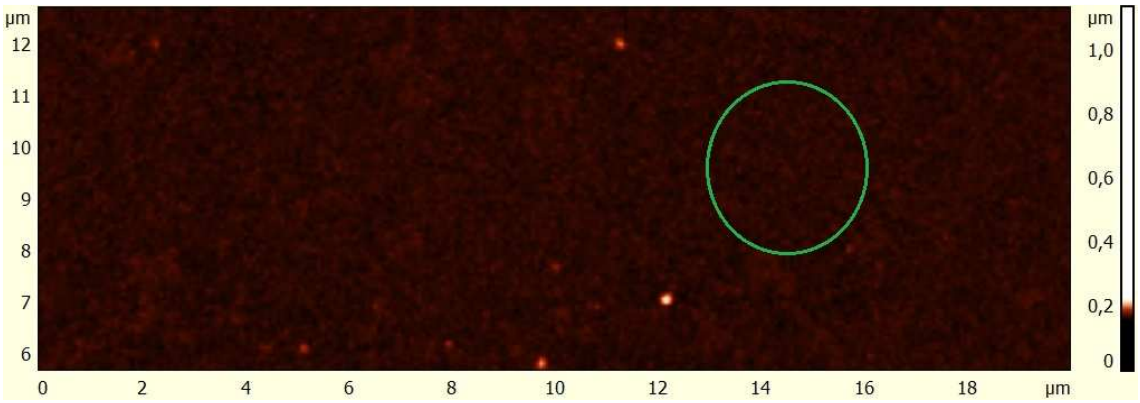

*Graf 10: Bod 2 - oxidace Fe*

Z grafu 9 a 10 lze vyčíst, že hodnoty zoxidovaného povrchu jsou mnohem vyšší než u předchozích materiálů (Si, Ti). Při vytváření Bodu 1 se podařilo získat výšku oxidace 28,2 nm. Výška Bodu 2 byla vyšší než předpokládaný odhad max. výšky oxidace povrchu železa. Za dobu 10 minut se podařilo působením střídavého obdélníkového napětí -10 V dosáhnout hodnoty 41,45 nm.




*Obrázek 32: Povrch Al*

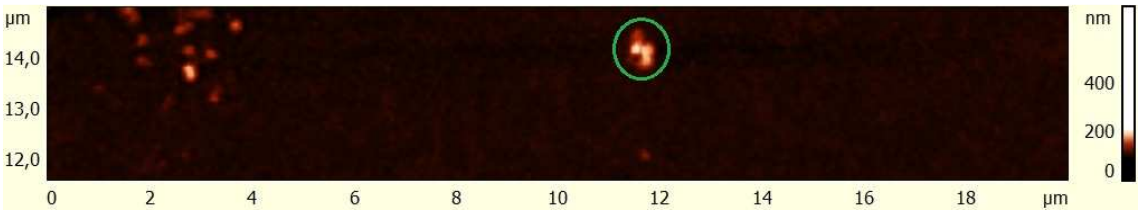
Na obrázku 32 je naskenovaná plocha povrchu vrstvy hliníku, která byla vytvořena na skle pomocí naprašovačky Q150T ES. Vrstva byla vytvořena na požadovanou šířku 60 nm.




*Obrázek 33: Bod 1 - oxidace Al*

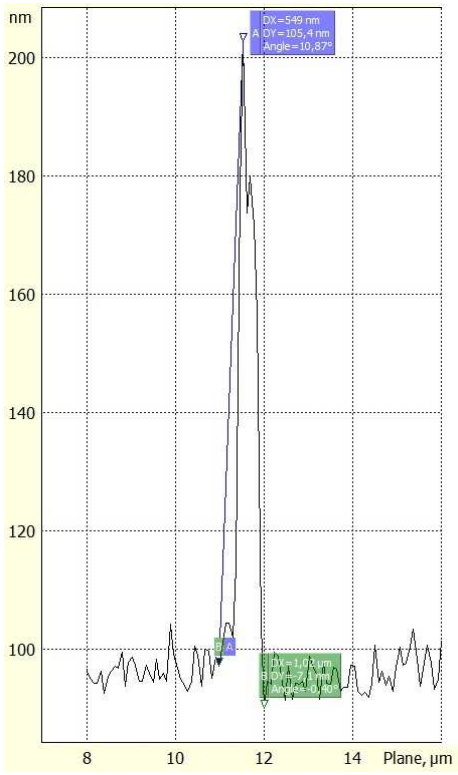
Ve vyznačené oblasti na obrázku 33, by se měl nacházet Bod 1, ve kterém byla prováděna oxidace. Příčinou, proč se oxidace nepodařila, může být snížená počáteční relativní vlhkost 47,86 %. Jelikož oxidace trvala 20 minut a relativní vlhkost se během té doby zvýšila přes 56% a přesto se žádná oxidace nepodařila, tak se nabízí další

možný probléme a tím je nízké napětí (-10 V). Další možností je fakt, že hliník již nepůjde zoxidovat.




*Obrázek 34: Bod 2 - Oxidace Al*

Oxidace Bodu 2 byla prováděna na hliníkového povrchu po dobu 10 minut. Při oxidaci se využívalo střídavého obdélníkového napětí s periodou 20 s. Přičemž doba působení obou napětí byla stejná, tedy u napětí +10 V byla 10 s a u napětí -10 V trvala 10 s. Oxidace tohoto bodu byla započata při relativní vlhkosti 65,34 %.




*Graf 11: Bod 2 - Oxidace Al*

Při zjišťování hodnot z grafu 11 se dospělo k závěru, že v daném místě není žádná oxidace, ale pouze nános nečistot. Jedním z důvodů je tvar oxidace, který připomíná spíše než bodovou oxidaci nános 4 nečistot blízko sebe. Dalším důvodem je

výška samotné oxidace, která je 105,4 nm. Tato hodnota je příliš vysoká pro 10 minutovou oxidaci. Nepravděpodobnou velikost této hodnoty lze poznat například z toho, že oxidace železa za stejný čas nebyla ani poloviční. Za předpokladu, že by to skutečně byla oxidace, znamenalo by to, že hliník je lépe oxidovatelný než železo a rychlost oxidace je více než dvojnásobná.

Z výsledků získaných v grafech 9 a 10 bylo vybráno železo jako materiál, na jehož povrchu má být lokální oxidační nanolitografie pomocí mikroskopu AFM Explorer prováděna.

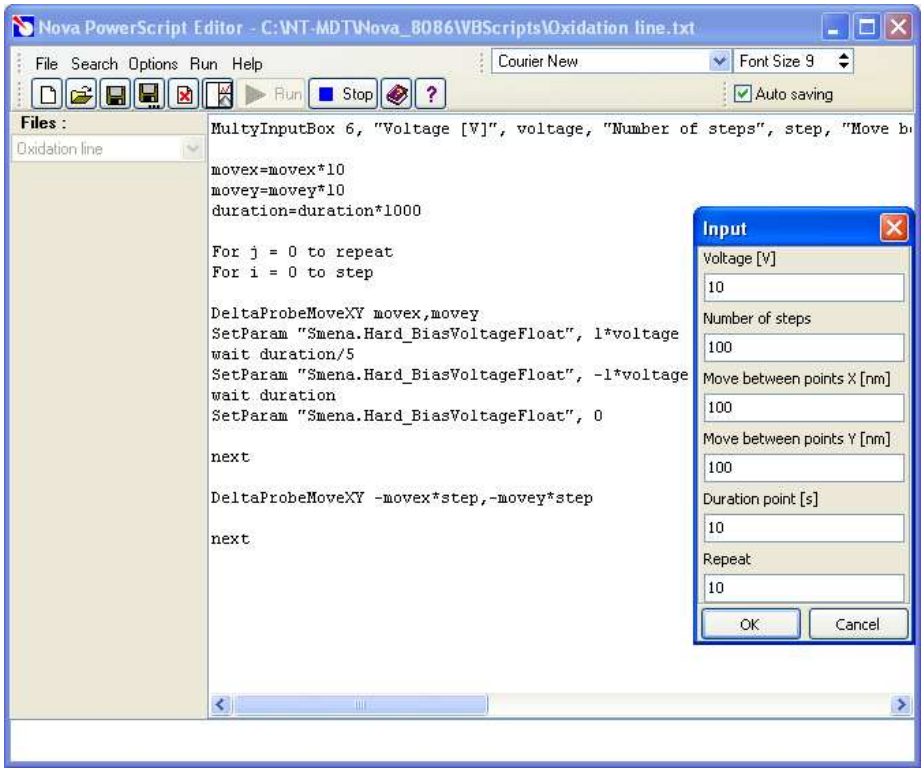
U doposud provedených měření byly stabilními parametry čas a napětí. Tyto parametry jsou ovládány pomocí počítače, takže nevykazovaly problémy. Dalším důležitým parametrem, který doposud nebyl ovládán, je vlhkost. Tento problém byl vyřešen pomocí sestavy na obrázku 35. Pro přesnou nanometrovou oxidaci titanu je potřeba nejen stabilní vlhkosti, ale i delší doby oxidace jednoho bodu. Proto byl sepsán skript (tabulka 2) pro zpřesnění tvorby oxidace (snadnější vektorové oxidace).

*Obrázek 35: Mikroskop NTEGRA Aura se stabilizovanou vlhkostí*

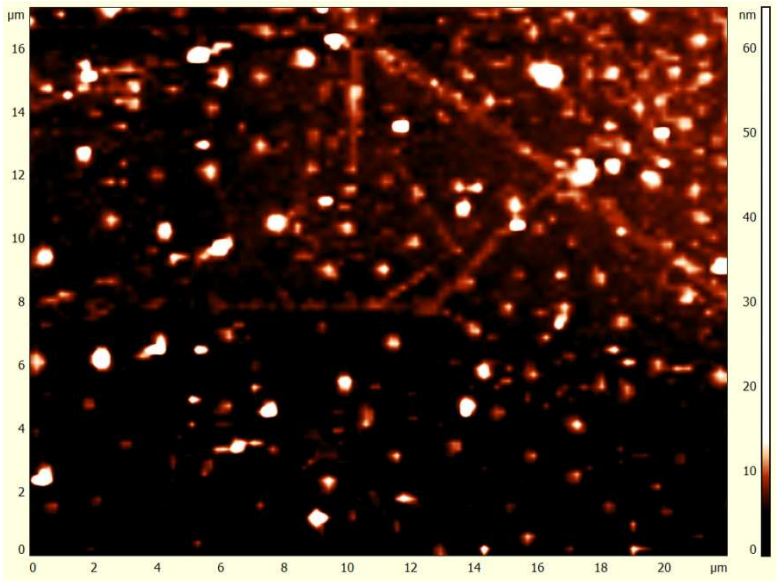
```
MultyInputBox 6, "Voltage [V]", voltage, "Number of steps", step, "Move between points X [nm]", movex, "Move between points Y [nm]", movey, "Duration point [s]", duration, "Repeat", repeat

movex=movex*10
movey=movey*10
duration=duration*1000
```

```
For j = 0 to repeat
For i = 0 to step

DeltaProbeMoveXY movex,movey

SetParam "Smena.Hard_BiasVoltageFloat", 1*voltage
wait duration/5

SetParam "Smena.Hard_BiasVoltageFloat", -1*voltage
wait duration

SetParam "Smena.Hard_BiasVoltageFloat", 0

next

DeltaProbeMoveXY -movex*step,-movey*step

next
```

*Tabulka 2: Skript pro oxidaci čáry*




*Obrázek 36: Skript pro oxidaci přímky*

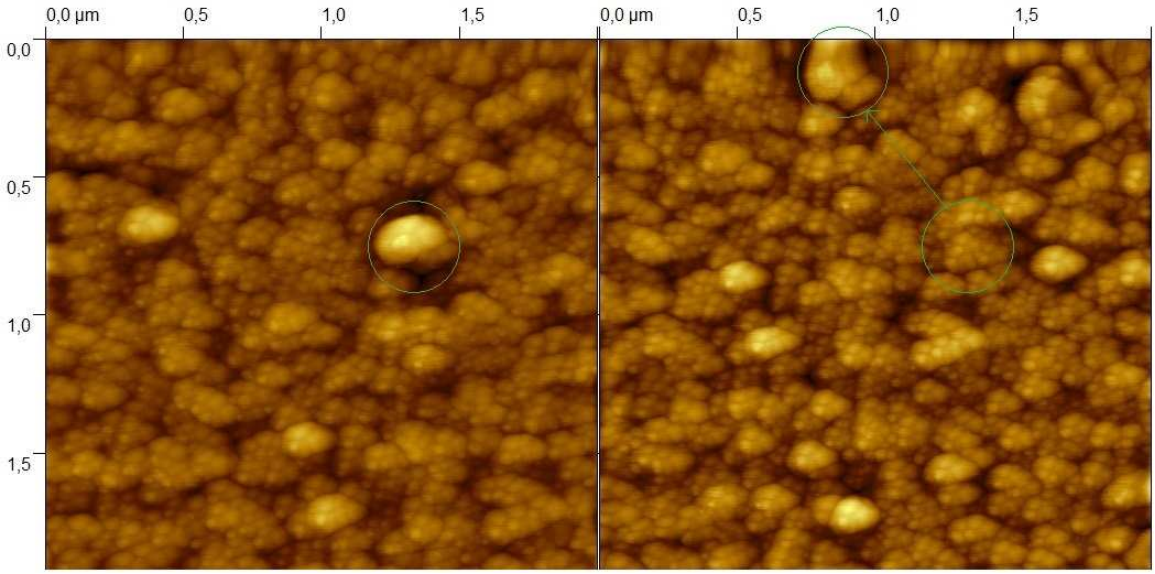



*Obrázek 37: Oxidace s využitím skriptu (tabulka 2) se stabilní vlhkostí*

Lokální oxidace na obrázku 37 byla provedena za stabilní vlhkosti při použití parametrů z obrázku 36. Relativní vlhkost sice považujeme za stabilní parametr, ovšem při měření není možné docílit naprosto neměnných parametrů. Z tohoto důvodu je cílem, aby se relativní vlhkost neměnila více než o 0,5 %. Při oxidaci byl rozsah vlhkostí, při kterých oxidace probíhala 62,00 % – 62,24 %. I přes stabilní vlhkost nastal problém, že ve všech místech není oxidace stejně vysoká, to může být způsobeno vyrovnávací korekcí dat (proložení rovinou) a nánosy nečistot. Díky tomuto měření bylo ověřeno, že vytvořená vrstva nevydrží „čistá“ (pouze s malým znečištěním) déle než 2 dny.

## 4.2. Data mikroskopu AFM Explorer

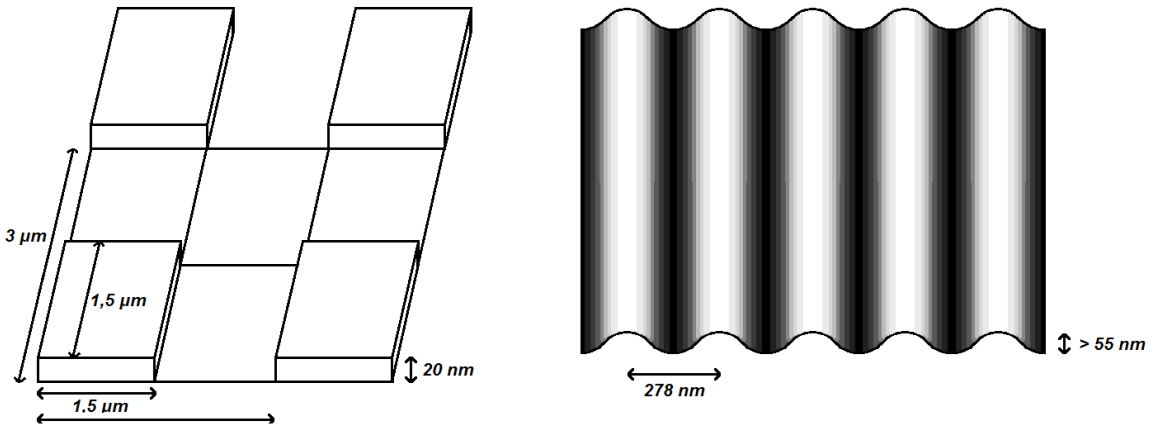
Před započetím samotné lokální oxidační nanolitografie na mikroskopu AFM Explorer je potřeba provést několik měření, například na kalibrační mřížce či zkoumání driftu. Zjištění problému posouvání vzorku nastalo při prvním měření, kdy po opětovném přeměření povrchu byly získána jiná data. Proto bylo potřeba zjistit k jak velkému posuvu dochází.




*Obrázek 38: Zkoumání driftu u mikroskopu AFM Explorer*

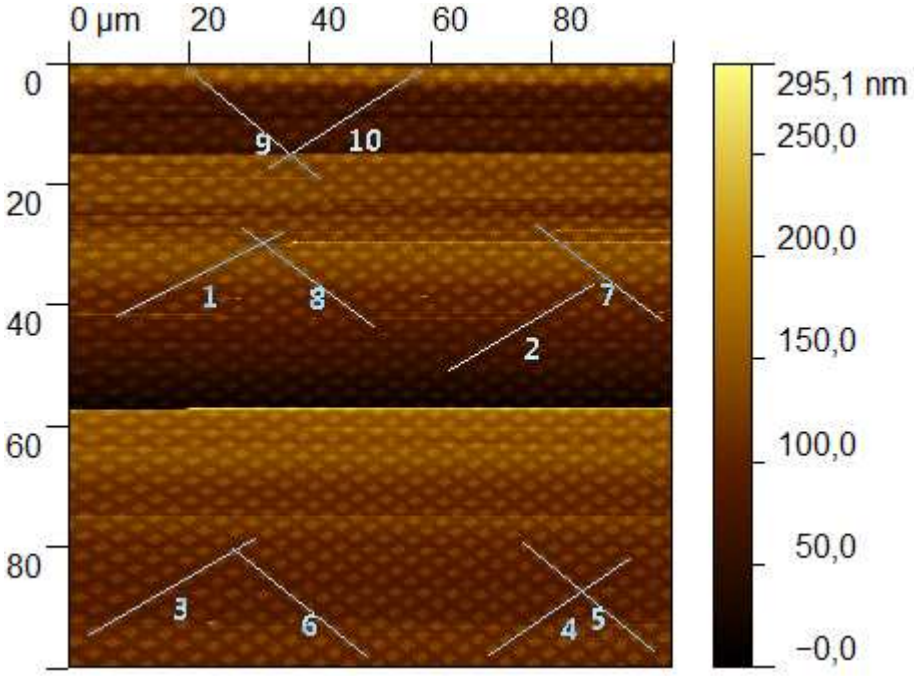
Po proměření stejné plochy povrchu ve dvou po sobě následujících měření je možné z dat vyčíst posun vzorku. Na obrázku 38 je směr posunu označen zelenými kruhy a šipkou. Posun byl přibližně 0,7 µm za 10 minut. Což by z makroskopického hlediska nebylo významné, ale při mikrometrovém rozlišení, kdy skenování povrchu trvá několik minut, se posun stává velmi podstatným. Drift byl způsoben špatným přichycením vzorku k základně mikroskopu. Proto bylo použito podložek, které pomáhají drift tlumit.

Když se podařilo zajistit, aby nedocházelo ke driftu vzorku, je potřeba ověřit, jestli samotné měření odpovídá skutečné velikost nebo dochází ke zkreslení. K tomu se využijí kalibrační mřížky TGQ1 a TDG01, které jsou zobrazeny na obrázku 39.




*Obrázek 39: Schéma kalibračních mřížek TGQ1 (vlevo) a TDG01(vpravo)*

Na následujícím obrázku je proměřena kalibrační mřížka TGQ1, pro přesnost bylo provedeno 10 měření s 9,5 periody. Počet vybraných period je zvolen pro získání vyšší přesnosti (s počtem period se snižuje nepřesnost označení jedné periody). Důvod proč nevybírám celé periody je ten, že je pro mě jednodušší označit celé kostky nikoli periody. Pro změření výšky jednotlivých kostek (viz. obrázek 39), není možné využít 9,5 periody, jelikož program Gwyddion umožňuje změřit rozdíl počátečního a koncového bodu v ose Z. Současně není vhodné měřit výšku u vzorku, který i přes použití srovnávací korekce dat není dokonale vodorovný (proužky na obrázku 40). V ideálním případě by výška všech kostek měla být stejná, a tedy rozdíl jednotlivých hodnot Δz by měl nabývat nuly. Tyto hodnoty ovšem nejsou nulové (viz tabulka 3). Proto bylo provedeno změření 30 kostek kdy vzdálenost porovnávaných bodů (koncového a počátečního) byla přibližně půl periody.




*Obrázek 40: Kalibrační mřížka TGQ1*

| n | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| R [µm] | 31,0 | 28,0 | 31,9 | 28,3 | 28,2 | 28,9 | 26,5 | 27,0 | 28,5 | 29,9 |
| Δz [nm] | 32,8 | 75,6 | 21,1 | 22,5 | 4,0 | 7,0 | 39,2 | 18,0 | 21,2 | 28,0 |

*Tabulka 3: Vzdálenosti 9,5 period kalibrační mřížky TGQ1*

n … označení příslušné úsečky, R [μm] … délka úsečky, Δz [nm] … rozdíl výšky počátečního a koncového bodu úsečky

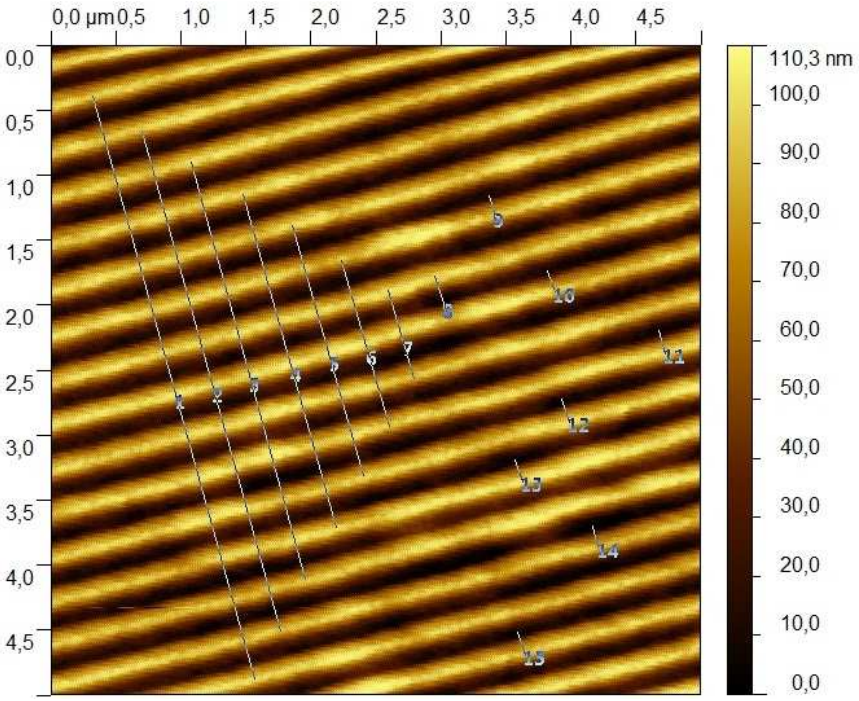
| n | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Δz [nm] | 21,7 | 22,2 | 18,3 | 23,0 | 13,4 | 20,3 | 24,6 | 29,9 | 26,6 | 25,3 |
| n | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
| Δz [nm] | 30,4 | 28,3 | 23,9 | 28,7 | 39,0 | 16,3 | 24,4 | 27,0 | 17,2 | 44,2 |
| n | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 |
| Δz [nm] | 28,2 | 21,4 | 23,8 | 25,0 | 19,7 | 44,4 | 38,9 | 47,2 | 24,8 | 33,7 |

*Tabulka 4: Výška kostek mřížky TGQ1*

Na obrázku 40 je dobře patrný vzor, ale současně i nepřesnosti, které vznikají při měření. Hlavní chyby vzniklé při měření jsou v řádcích na ose Y o hodnotách 15 μm a 55 μm. Z toho důvodu nastává problém špatného proložení (srovnávací korekce dat) a vznikají další problémy. Současně si lze všimnout, že čtverce jsou deformované v osách X a Y, to je způsobeno tvarem hrotu a neidálním pohybem hrotu nad povrchem. Z tabulky 3 lze vypočítat, že průměrná hodnota změřené 9,5 periody pomocí mikroskopu AFM Explorer nabývá 28,82 μm, to je pro jednu celou periodu 3,03 μm. Hodnota, která je udaná výrobcem (obrázek 39), je 3,00±0,05 μm. Z toho vyplývá, že se nacházíme uvnitř intervalu udaného výrobcem a pro vyšší přesnost měření je potřeba použít jinou mřížku. V tabulce 4 je celkem 30 hodnot změny výšky počátečního (vedle kostky) a koncového bodu (uprostřed kostky), ze kterých je potřeba zjistit průměrnou hodnotu a porovnat ji s hodnotou 20±1,5 nm, jež je udaná výrobcem. Průměrná hodnota výšky z dat tabulky 4 vychází na 27,06 nm. Z porovnání hodnot lze zjistit, že při měření a zpracování dat u kalibrační mřížky TGQ1 se dopustilo nepřesnosti kolem 30%. Tato nepřesnost je způsobena chybami při měření a použití srovnávací korekce dat. Současně na tuto nepřesnost může mít vliv i špatné kalibrování přístroje a směr osy X, ve kterém to bylo měřeno.

Pro vyšší přesnost v osách X a Y je možné využít kalibrační mřížku TDG01 (obrázek 39). Oproti mřížce TGQ1 zde dochází k plynulému přechodu, kostky jsou vyměněny za sinusový tvar. Díky sinusovému tvaru nedochází ke zkreslování přechodů a tím je umožněno dosažení vyšší přesnosti při měření, jelikož by měl interagovat pouze

konec hrotu (boky pyramidy hrotu neinteragují s ostrými přechody). Velikost jedné periody sinusového tvaru u mřížky TDG01 je 278±1 nm. Výška sinusového tvaru je uvedena jako > 55 nm, proto není možné tuto kalibrační mřížku použít pro kalibraci osy Z.




*Obrázek 41: Kalibrační mřížka TDG01 (velikost 5 µm × 5 µm)*

| n | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| R [µm] | 4,670 | 4,006 | 3,338 | 2,669 | 2,007 | 1,332 | 0,709 | 0,348 |
| P [nm] | 333,6 | 333,8 | 333,8 | 333,6 | 334,5 | 333,0 | 354,5 | 348,0 |

*Tabulka 5: Hodnoty periody kalibrační mřížky TDG01 (velikost 5 µm × 5 µm)*

n … označení příslušné úsečky, R [µm] … délka úsečky, P [nm] … délka jedné periody dané úsečky, Δz [nm] … rozdíl výšky počátečního a koncového bodu úsečky

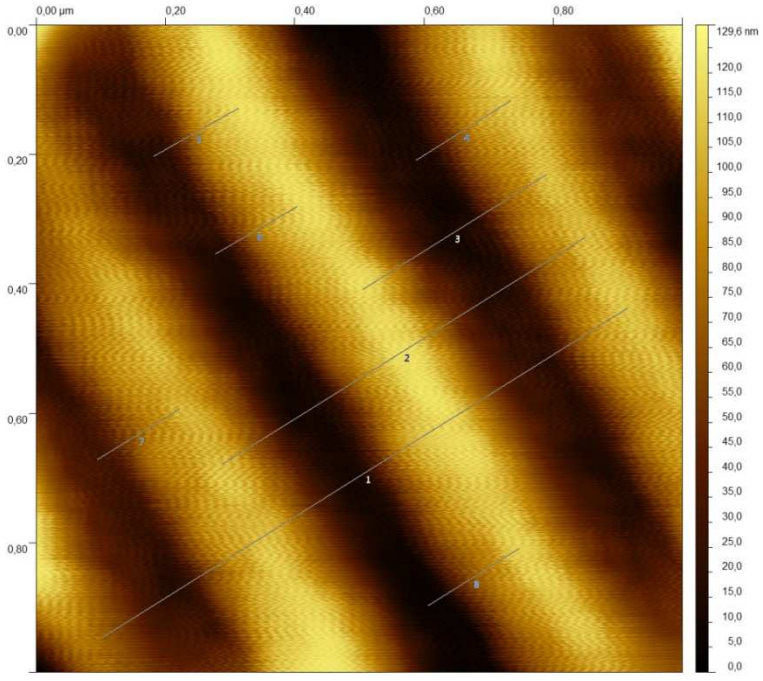
| n | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Δz [nm] | 76,7 | 65,5 | 72,7 | 82,2 | 84,1 | 74,2 | 65,2 | 80,1 |

*Tabulka 6: Výška kalibrační mřížky TDG01 (velikost 5 µm × 5 µm)*

Po použití stejné srovnávací korekce dat jako u kalibrační mřížky TGQ1, bylo možné srovnat data z obrázku 41 a schématu kalibrační mřížky TDG01 (obrázek 39).

Jejich srovnáním se potvrdil sinusový tvar mřížky. Pro zjištění periody mřížky se využilo změření několika period a z nich následné dopočtení jedné periody (tabulka 5). Důvodem využití několika period je zmírnění chyby špatného odečtení dat (špatné označení počátku a konce periody). Změřená perioda mřížky vychází přibližně na 338,1nm. Při porovnání s hodnotou udanou výrobce (278±1 nm) je chyba vzniklá při měření přibližně 21,6 %. I když není možné využít kalibrační mřížku TDG01 k ověření osy Z, lze ji využít k přibližnému porovnání, tedy jestli rozdíly minima a maxima jsou přibližně kolem hodnoty udané výrobce, tedy mírně větší než 55 nm. Po spočítání průměrné výšky se získá hodnota 75,1 nm, což nabízí dvě možnosti vysvětlení. První možností je, že vyrobená mřížka nabývá rozdílu minima a maxima 75,1 nm. Další možností je využít měření kalibrační mřížky TGQ1, u které je chyba 30 %. Pokud se využije předpokladu, že výška kalibrační mřížky je v rozsahu 55 nm – 60 nm, tak se získá chyba 30 %, což souhlasí s předchozím měřením.

Pro docílení vyšší přesnosti a ověření chyby 21,6 % při měření v osách X a Y se využije stejná kalibrační mřížka, ale s rozdílem, že se snímané parametry změní. Rozměr skenovací oblasti bude 1 µm × 1 µm, a počet bodů v dané oblasti 1000 × 1000. To sice povede k delšímu měření a možnosti vzniku více chyb (např. vlivem otřesů), ale současně se docílí vyšší přesnosti.

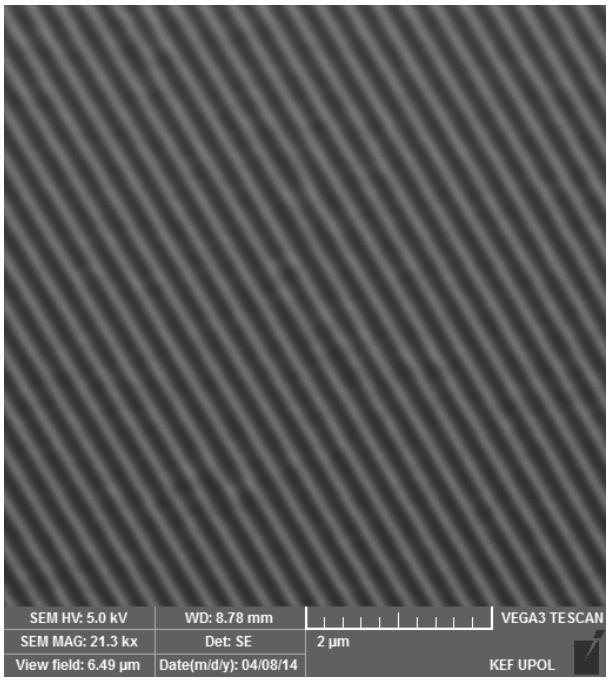



*Obrázek 42: Kalibrační mřížka TDG01 (velikost 1 µm × 1 µm)*

| n | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| R [µm] | 0,9593 | 0,6606 | 0,3362 | 0,1718 | 0,1501 | 0,1463 | 0,1486 | 0,1665 |
| P [nm] | 319,8 | 330,3 | 336,2 | 343,6 | 300,2 | 292,6 | 297,2 | 333,0 |
| Δz [nm] | 26,0 | 1,5 | 4,7 | 65,9 | 70,2 | 72,7 | 48,8 | 80,9 |

*Tabulka 7: Výška kalibrační mřížky TDG01 (velikost 1 µm × 1 µm)*

Data změřená na kalibrační mřížce TDG01 v rozsahu 1 µm × 1 µm jsou uvedena v tabulce 7. Pro změření délky periody se využijí hodnoty úseček 1, 2 a 3, jelikož další hodnoty slouží pouze k zjištění rozdílu minima a maxima, kde jejich vzdálenost je přibližně půl periody. Úsečky 4–8 slouží k přibližnému porovnání s hodnotou výšky udanou výrobcem. Změřená průměrná hodnota vychází 67,7 nm, což odpovídá chybě přibližně 20 %, při použití rozsahu 55–60 nm. Tato chyba je nižší než u předchozích dat, jelikož výška u úsečky 7 má hodnotu 48,8 nm. Tento rozdíl oproti ostatním hodnotám může být způsoben špatným změřením, poškozením kalibrační mřížky (např. nános nečistot) nebo chybou při výrobě. Z úseček 1–3 je vypočítána průměrná hodnota periody na 328,8 nm. Tato hodnota odpovídá předešlému měření a tedy i podobné chybě 18%. Pro potvrzení této chyby se nabízí možnost využití skenovacího elektronového mikroskopu a ověření periody kalibrační mřížky.




*Obrázek 43: Kalibrační mřížka TDG01 (25 period)*

Obrázek 43 ukazuje kalibrační mřížku TDG01, která je zobrazena pomocí skenujícího elektronového mikroskopu VEGA 3 LMU. Nevýhodou této zobrazovací techniky je nabíjení vzorku a tím i zhoršení kvality zobrazení. Proto je velmi obtížné získat kvalitní obrázek. Pro potřeby ověření dosavadních měření, ale není nezbytné mít velmi vysokou kvalitu zobrazení. Postačující zobrazení je takové, kdy je možné přibližně sledovat sinusový tvar, tedy nalezení minima a maxima (periody). Po nalezení dvou po sobě jdoucích maxim, je možné změřit jednu periodu kalibrační mřížky. Opět se nabízí možnost, že pro dosažení vyšší přesnosti se změří 25 period. Po proměření dané mřížky vychází perioda přibližně na 268 nm. Tato hodnota je velmi blízká hodnotě udané výrobcem, takže je možné potvrdit, že mikroskop AFM Explorer nabývá chyby přibližně 20% v osách X a Y. Současně se vyvrátil předpoklad nepřesné kalibrační mřížky.

Aby bylo možné provést lokální oxidaci na mikroskopu AFM Explorer a porovnat ji s lokální oxidací na mikroskopu NTEGRA Aura je potřeba mít stejné parametry pro měření. Hlavním parametrem, který je potřeba ověřit, je relativní vlhkost. Jako řešení se nabízí možnost připojit sondu THT2 k zabudovanému senzoru v mikroskopu NTEGRA Aura a následně mikroskop přikrýt poklopem a zvýšit vlhkost pomocí kalíšku vody. Při tomto uspořádání nastává problém, že je poklop nakloněný a tedy neuzavřené prostředí, což může vést k problémům s dosažením dostatečné vlhkosti. Při měření bez utěsnění bylo docíleno relativní vlhkosti pouze 48,0 % u senzoru THT2 a 46,4 % – 47,4 % u senzoru mikroskopu NTEGRA Aura (vlhkost se měnila v rámci sekund o desetiny %). Proto bylo potřeba mezeru utěsnit pomocí parafilmu. Následné měření je uvedeno v tabulce 8.

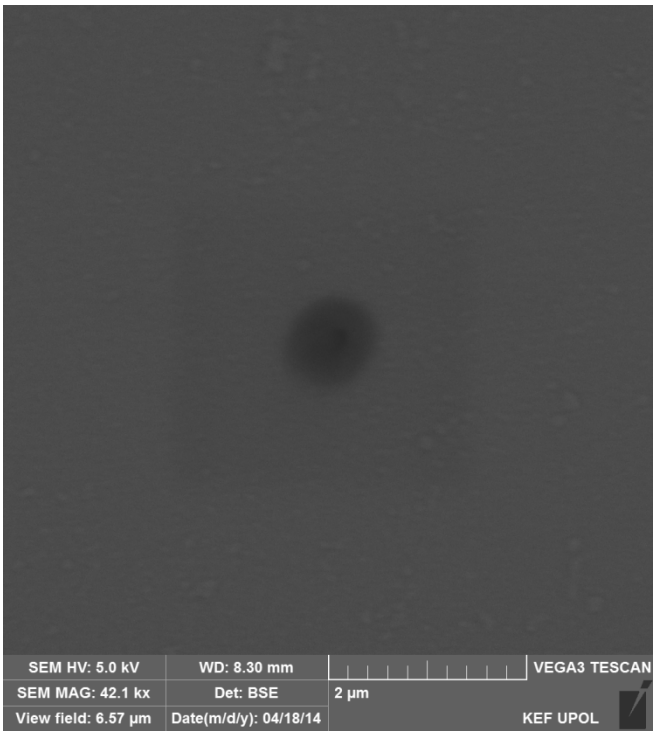
| THT2 [%] | 37,5 | 42,0 | 46,4 | 48,0 | 51,1 | 52,6 | 53,5 | 54,0 | 57,8 | 60,2 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| NTEGRA Aura [%] | 42,0 | 44,6 | 46,4 | 47,4 | 49,8 | 51,0 | 51,2 | 50,0 | 54,0 | 55,6 |

*Tabulka 8: Porovnání relativní vlhkosti senzoru THT2 a mikroskopu NTEGRA Aura*

Z hodnot z tabulky 8 lze vyčíst, že závislost mezi senzorem THT2 a senzorem u mikroskopu NTEGRA Aura není lineární. Důležitými hodnotami je relativní vlhkost v laboratoři (na počátku měření), kde hodnota u THT2 je 37,5 % a u mikroskopu NTEGRA Aura 42,0 %. Podstatnou hodnotou relativní vlhkosti je i 46,4 %, jelikož v té chvíli oba senzory ukazují stejnou hodnotu. Rychlost růstu relativní vlhkosti je u THT2

vyšší než u mikroskopu NTEGRA Aura. Z výsledků můžeme vyvodit, že každý senzor jinak zaznamenává parametry, které ovlivňují relativní vlhkost (teplota a množství vodních par) a proto se vypočtené relativní vlhkosti liší (přesnost měření THT2 je ±2 %, u mikroskopu NTEGRA Aura není přesnost uvedena, ale předpokládáme nižší). Z tohoto důvodu nemůžeme v našich podmínkách jednoznačně určit, který senzor dává správnou hodnotu. Ale jelikož je senzor THT2 novějším vybavením a je přímo určen na měření vlhkosti a teploty, tak se s mým vedoucím domníváme, že nepřesný (chybný) senzor je u mikroskopu NTEGRA Aura.

Jelikož jedním z cílů mé práce je rozšíření režimů na mikroskopu AFM Explorer o lokální oxidační nanolitografii, je potřeba provést prvotní měření na materiálu, který je velmi dobře oxidovatelný. Z předchozího měření na mikroskopu NTEGRA Aura vyplynulo, že takovým materiálem je vrstva železa. Celý postup je ve dvou krocích. Prvním je vytvoření zoxidovaného místa pomocí LON a druhým jeho změření pomocí AFM. První krok (LON) je možné provést dle kapitoly 3.1.2, ovšem následující změření pomocí AFM se ukázalo jako velmi problematické, jelikož při LON může dojít k poškození hrotu. I v případech, kdy hrot nebyl závažně poškozen (ulomen), nastává problém nastavení přístroje pro měření. Tento problém lze vyřešit využitím jiné metody pro zjištění topografie. Jelikož výška oxidace je v řádech desítek nanometrů (graf 9, 10) a šířka v řádech stovek nanometrů, je možné v našich podmínkách využít SEM. Dalším pozitivem pro SEM je vytvoření tlustší vrstvy oxidu (nevodivé oblasti), která bude pro SEM dobře změřitelná. Aby bylo možné získat názorný obrázek oxidace, je potřeba, aby oxidovaný bod byl pokud možno co největší. Proto byla oxidace provedena za napětí -24 V po dobu přibližně 40 minut. Během této doby vzrostla vlhkost, při které byla oxidace prováděna, z hodnoty 48,6 % na 84,2 %.

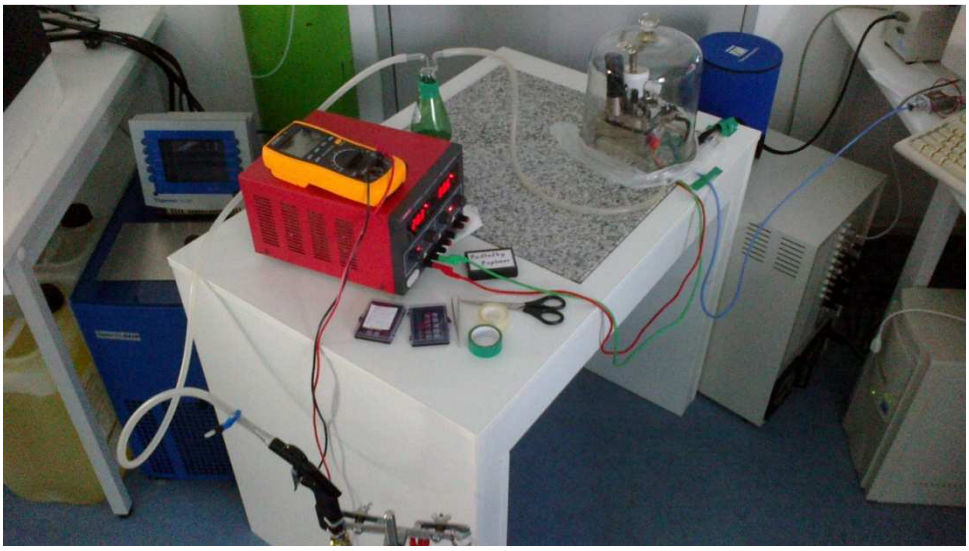



*Obrázek 44: Bodová oxidace Fe*

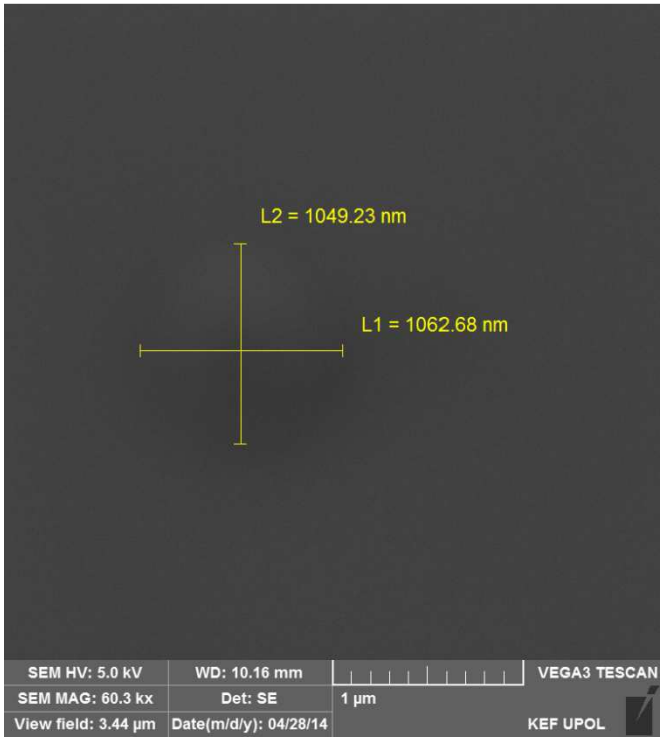
Na obrázku 44 je zobrazen pomocí skenujícího elektronového mikroskopu výsledek lokální anodické oxidace povrchu železa, který byl vytvořen mikroskopem AFM Explorer. Jelikož v průběhu oxidace byl hrot pouze oddalován (posun pouze v ose Z), tak vzniklý tvar by měl být kuželovitý (kruhová základna). Na obrázku 44 je možné si všimnout, že tvarem základny není kruh, ale ovál. To může být způsobeno driftem vzorku a vibracemi. Průměr zoxidované plochy je pod 1 µm. Při oxidaci je velmi důležitá i výška oxidace, kterou ovšem pomocí skenujícího elektronového mikroskopu nelze přímo změřit. Jednou z možností, jak změřit výšku, je využití náklonu vzorku a následně dopočítat výšku oxidace.

Pro ověření funkčnosti mikroskopu AFM Explorer v režimu lokální oxidační nanolitografie je potřeba provést více než jedno měření. Proto byla zvolena opět nejjednodušší možná oxidace, tedy bodu. Při tvorbě této oxidace se využilo sestavy se stabilní vlhkostí (obrázek 45), kdy relativní vlhkost se udržovala při hodnotě 63,2%. Aby bylo možno co nejvíce eliminovat vibrace prostředí, které jsou způsobeny lidmi, je měření prováděno v noci. Při oxidaci není nastaven kontinuální posun v ose Z, proto bylo oddálení využito nárazově a tím vznikl v oxidaci schod. Tento schod je na

obrázcích ze SEM dobře patrný, jelikož doba oxidace v nižší výšce je delší a tím se vyoxiduje širší plocha.



*Obrázek 45: Sestava mikroskopu AFM Explorer se stabilizovanou vlhkostí*

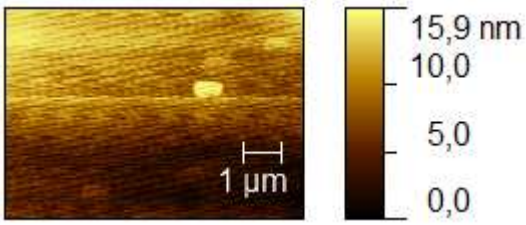



*Obrázek 46: Bodová oxidace Fe se stabilní vlhkostí*

Na obrázku 46 je zobrazen pomocí skenujícího elektronového mikroskopu bod, jenž byl vytvořen za stabilních podmínek. Tomu odpovídá i kruhový tvar oxidace,

protože nepůsobily vibrace a drift vzorku byl zanedbatelný. Výšku oxidace bohužel nelze odhadnout z tohoto typu měření.

Jedním z mých hlavních cílů je upravení mikroskopu AFM Explorer na LON, to znamená, že na daném přístroji je potřeba lokální oxidaci nejen provést, ale i změřit. Tato měření se ovšem doposud nedařila, jelikož nastával problém s poklepovým režimem. V něm bylo obtížné nastavit potřebné parametry a dokonce i při jejich nastavení se měření nedařilo. Další možností pro měření povrchu byl kontaktní režim, který v upraveném mikroskopu nefungoval. Po dalším upravení mikroskopu se podařilo zprovoznit kontaktní režim, pomocí kterého byla změřena oxidace daného místa.




*Obrázek 47: Bodová oxidace Fe se stabilní vlhkostí zobrazena AFM*

Bod na obrázku 47 byl vytvořen za vlhkosti 64,8 %, při napětí -20 V a oxidace trvala přibližně 10 minut. Za těchto podmínek se podařilo vytvořit oxidaci širokou přibližně 0,5 µm a vysokou přibližně 5 nm. Výška oxidace se zdá chybná, protože očekávaná výška je více než 10 nm. Důvodem takto nízké oxidace je možnost, že při použití srovnávací korekce dat (proložení) byla výška zmenšena. Další možností je špatné změření vlivem poškození hrotu.

# Závěr

Ve své magisterské práci jsem se zabýval mikroskopickou technikou AFM, která využívá skenující sondu a nalezla uplatnění v lokální oxidační nanolitografii, kde se s její pomocí zjišťuje profilová analýza povrchu. Lokální oxidační nanolitografie je jednou ze dvou technik, kterými jsem se ve své práci zabýval. Elektronovou litografii, kterou jsem zmínil v teoretické části, jsem nevyužil, jelikož skenovací elektronový mikroskop VEGA 3 LMU nebyl během tvorby mé magisterské práce tímto režimem vybaven.

V experimentální části jsem u mikroskopu NTEGRA Aura provedl kalibraci pomocí kalibračních mřížek a stabilizoval vlhkost při oxidaci. Měření, která byla provedena, pomohla potvrdit, že nejvhodnějším materiálem pro prvotní oxidaci na mikroskopu AFM Explorer je vrstva železa. Z dalších měření se zjistilo, jak přesně program k ovládání mikroskopu NTEGRA Aura funguje, tedy že některá místa na kružnicích či jiných uzavřených objektech jsou výraznější, což je způsobeno počátkem a koncem oxidace v daném místě. Při měřeních bylo potvrzeno, že zoxidovaná vrstva na povrchu nebrání další oxidaci, ale s rostoucí vrstvou oxidu se snižuje rychlost oxidace i prooxidování materiálu. To ve výsledku způsobuje, že pro získání potřebného prooxidování musíme zoxidovat větší plochu. Tento fakt lze omezit různými možnostmi stylu oxidace, jako nejvýhodnější se jeví využít obdélníkové napětí, kdy záporné napětí se využívá pro anodickou oxidaci a kladné napětí pro očištění povrchu od náboje.

V experimentální části věnované mikroskopu AFM Explorer jsem se zaobíral kalibrací toho přístroje pomocí kalibračních mřížek. A úspěšně zvýšil počet režimů, ve kterých je toto zařízení schopno pracovat, o lokální oxidační nanolitografii. Současně se mi podařilo vyřešit některé problémy, se kterými jsem se během měření setkal.

V současnosti je přístroj připravený pro tvorbu jednoelektronového tranzistoru. Dalším možným využitím tohoto přístroje je tvorba součástek, které využívají tunelového jevu (oxidovaná oblast tvoří bariéru).

# Seznam obrázků a grafů

*Obrázek 1: Závislost meziatomárních sil na vzdálenosti* ..... 10
*Obrázek 2: Chování hrotu s kapkou vody v kontaktním a nekontaktním režimu AFM* . 12
*Obrázek 3: Detekce ohybu raménka pomocí laseru* ..... 13
*Obrázek 4: Obecná představa lokální oxidační nanolitografické metody* ..... 15
*Obrázek 5: LON bodů o šířce 4 nm a výšce 2,6 nm na povrchu Ti* ..... 17
*Obrázek 6: Mikroskop AFM Explorer* ..... 23
*Obrázek 7: THT2 senzor s převodníkem RS485 na USB* ..... 25
*Obrázek 8: Zapojení mikroskopu AFM Explorer v režimu LON* ..... 26
*Obrázek 9: Hlava mikroskopu AFM Explorer s připevněným hrotem* ..... 28
*Obrázek 10: Základna mikroskopu AFM Explorer se vzorkem nanovrstvy Ti* ..... 28
*Obrázek 11: Mikroskop NTEGRA Aura* ..... 29
*Obrázek 12: Hlava mikroskopu NTEGRA Aura* ..... 30
*Obrázek 13: Základna mikroskopu NTEGRA Aura* ..... 30
*Obrázek 14: Naprašovačka Q150T ES* ..... 31
*Obrázek 15: Hlava naprašovačky s Ti terčíkem* ..... 32
*Obrázek 16: Držák vzorků a piezokrystal* ..... 32
*Obrázek 17: Skenovací elektronový mikroskop VEGA 3 LMU* ..... 33
*Obrázek 18: 2D Kalibrační mřížka TGZ1* ..... 35
*Obrázek 19: Kalibrační mřížka TGZ1 - porovnání korekce dat* ..... 36
*Obrázek 20: Kalibrační mřížka H8 – vlevo bez linearizace, vpravo s linearizací* ..... 38
*Obrázek 21: Nevyčištěná plocha* ..... 39
*Obrázek 22: 3D zobrazení nevyčištěné plochy* ..... 40
*Obrázek 23: Vyčištěná plocha* ..... 41
*Obrázek 24: Oxidace jednoho bodu* ..... 42
*Obrázek 25: Smajlík* ..... 44
*Obrázek 26: 3D zobrazení smajlíka* ..... 44
*Obrázek 27: Ti wafer - měření rychlosti oxidace* ..... 47
*Obrázek 28: Nova PowerScript Editor* ..... 48
*Obrázek 29: Povrch Fe* ..... 51
*Obrázek 30: Bod 1 - oxidace Fe* ..... 51
*Obrázek 31: Bod2 - oxidace Fe* ..... 52
*Obrázek 32: Povrch Al* ..... 53

*Obrázek 33: Bod 1 - oxidace Al* ..... 53
*Obrázek 34: Bod 2 - Oxidace Al* ..... 54
*Obrázek 35: Mikroskop NTEGRA Aura se stabilizovanou vlhkostí* ..... 55
*Obrázek 36: Skript pro oxidaci přímky* ..... 56
*Obrázek 37: Oxidace s využitím skriptu (tabulka 2) se stabilní vlhkostí* ..... 57
*Obrázek 38: Zkoumání driftu u mikroskopu AFM Explorer* ..... 58
*Obrázek 39: Schéma kalibračních mřížek TGQ1 (vlevo) a TDG01(vpravo)* ..... 58
*Obrázek 40: Kalibrační mřížka TGQ1* ..... 59
*Obrázek 41: Kalibrační mřížka TDG01 (velikost 5 μm × 5 μm)* ..... 61
*Obrázek 42: Kalibrační mřížka TDG01 (velikost 1 μm × 1 μm)* ..... 62
*Obrázek 43: Kalibrační mřížka TDG01 (25 period)* ..... 63
*Obrázek 44: Bodová oxidace Fe* ..... 66
*Obrázek 45: Sestava mikroskopu AFM Explorer se stabilizovanou vlhkostí* ..... 67
*Obrázek 46: Bodová oxidace Fe se stabilní vlhkostí* ..... 67
*Obrázek 47: Bodová oxidace Fe se stabilní vlhkostí zobrazena AFM* ..... 68

*Graf 1: Přesnost měření vlhkosti THT2 senzoru* ..... 25
*Graf 2: Kalibrační mřížka TGZ1 - řád polynomu 2* ..... 36
*Graf 3: Histogram kalibrační mřížky TGZ 1* ..... 37
*Graf 4: Histogram kalibrační mřížky H8 – vlevo bez linearizace, vpravo s linearizací*. 38
*Graf 5: Oxidace jednoho bodu* ..... 42
*Graf 6: Obličej - vyvýšenina při LON (vlevo), LON v koncovém bodě (uprostřed), LON bez vyvýšeniny (vpravo)* ..... 45
*Graf 7: Bod 1 – použití střídavého obdélníkového napětí* ..... 49
*Graf 8: Bod 2 - použití konstantního napětí* ..... 49
*Graf 9: Bod 1 - oxidace Fe* ..... 52
*Graf 10: Bod 2 - oxidace Fe* ..... 52
*Graf 11: Bod 2 - Oxidace Al* ..... 54

*Tabulka 1: Skript na ovládání napětí* ..... 48
*Tabulka 2: Skript pro oxidaci čáry* ..... 56
*Tabulka 3: Vzdálenosti 9,5 period kalibrační mřížky TGQ1* ..... 59
*Tabulka 4: Výška kostek mřížky TGQ1* ..... 60
*Tabulka 5: Hodnoty periody kalibrační mřížky TDG01 (velikost 5 μm × 5 μm)* ..... 61

*Tabulka 6: Výška kalibrační mřížky TDG01 (velikost 5 μm × 5 μm)* ..... 61
*Tabulka 7: Výška kalibrační mřížky TDG01 (velikost 1 μm × 1 μm)* ..... 63
*Tabulka 8: Porovnání relativní vlhkosti senzoru THT2 a mikroskopu NTEGRA Aura* .. 64

# Zdroje informací

Při psaní magisterské práce jsem využíval poznatky ze své bakalářské práce a materiály, které jsem uvedl níže. Ostatní informace a znalosti jsem získal od Mgr. Milana Vůjtka, Ph.D..


[1] Ingr T.: Využití SPM přístrojů NanoEducator a NTEGRA Aura v nanolitografii, 2012, bakalářská práce

[2] Kubínek R., Vůjtek M., Mašláň M.: Mikroskopie skenující sondou, Vydavatelství Univerzity Palackého v Olomouci, 2003, 1. vydání, ISBN 80-244-0602-0

[3] http://www.micro.feld.cvut.cz/home/34epo/cviceni/afm/lithography_with_spm.pdf [ze dne 1. 5. 2014]

[4] http://en.wikipedia.org/wiki/AFM_Nanolithography [ze dne 1. 5. 2014]

[5] http://iopscience.iop.org/1742-6596/100/5/052021/pdf/1742-6596_100_5_052021.pdf [ze dne 1. 5. 2014]

[6] http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/nl801599k [ze dne 1. 5. 2014]

[7] http://en.wikipedia.org/wiki/Electron_beam_lithography [ze dne 1. 5. 2014]

[8] http://cs.wikipedia.org/wiki/Elektronov%C3%A1_litografie [ze dne 1. 5. 2014]

[9] http://en.wikipedia.org/wiki/Nanolithography

[10] Garcia R., Torres S.: Alternative Lithography: Unleashing the Potebtials of Nanotechnology, Local Oxidation Nanolithography, Kluwer Academic/Plenum Publisher, 2003

[11] Matsumoto K.: Room-Temperature Single-Electron Devices formed by AFM Nano-Oxidation Process

[12] http://www.ntmdt-tips.com/price [ze dne 1. 5. 2014]

[13] http://www.papouch.com/cz/shop/product/tht2-vlhkomer-teplomer-rs485/#productDownload [1. 5. 2014]

[14] http://image.campushomepage.com/users/otfl/publicdata/2006/2006_3.pdf [1. 5. 2014]

[15] http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/bapn1.pdf [1. 5. 2014]

[16] http://www.ntmdt.com/spm-principles/view/afm-oxidation-lithography [1. 5. 2014]

[17] NT-MDT: NTEGRA Aura – Manual, http://www.ntmdt.com [1. 5. 2014]