



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

POKROČILÉ TECHNIKY SPM MĚŘENÍ ELEKTRICKÝCH VLASTNOSTÍ MATERIÁLŮ

ADVANCED SPM TECHNIQUES FOR MEASURING ELECTRICAL PROPERTIES OF MATERIALS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

JAN KRAMÁŘ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. MICHAL PAVERA, Ph.D.

BRNO 2022

Zadání bakalářské práce

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

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

Pokročilé techniky SPM měření elektrických vlastností materiálů

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Neustálý vývoj v oblasti polovodičového průmyslu klade stále větší důraz na přesnější analýzu zkoumaných povrchů, kde jsou zcela klíčové jejich elektrické vlastnosti. Pro měření elektrických vlastností se často využívají techniky ze skupiny mikroskopie rastrující sondou (SPM), které umožňují například měření lokální vodivosti povrchů, nebo také hustoty a koncentrace nosičů náboje. Zpřesnění výsledků analýzy může být docíleno měřením SPM ve vakuovém prostředí, případně doplnění měření o další techniky jako je elektronová mikroskopie (SEM). V této kombinaci se z důvodu snížení technických nároků jeví jako výhodné použití SPM sond s integrovaným senzorem. Cílem této práce je vývoj pokročilých technik umožňující měření elektrických vlastností materiálů za současného využití sond s integrovaným senzorem.

Cíle bakalářské práce:

- 1) Proveďte rešeršní studii SPM technik používaných pro měření elektrických vlastností materiálů.
- 2) Na vybrané technice navrhnete způsob měření pomocí sondy s integrovaným senzorem.
- 3) Na vhodném vzorku vybranou techniku otestujte.

Seznam doporučené literatury:

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

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

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

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

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

Abstrakt

Tato bakalářská práce je zaměřena na návrh řešení techniky pro měření lokálních elektrických vlastností vzorku v kontaktním režimu mikroskopie atomárních sil. Rešeršní část popisuje nejvíce rozšířené techniky měření těchto elektrických vlastností spadajících do rastrovací sondové mikroskopie. K realizaci byla zvolena technika rastrovací odporová mikroskopie. Důležitou součástí této techniky jsou zesilovače proudu. Z tohoto důvodu jsou podrobně popsány operační zesilovače, jeho různá zapojení a následná implementace nového zesilovače na mikroskop. Zbývá část se věnuje popisu a přípravě vzorků, na kterých byla funkčnost zesilovače a techniky testována.

Summary

This bachelor thesis is concerned about development of local electric properties characterization technique of sample in contact mode of Atomic Force Microscopy. The research part describes the most expanded techniques of characterization of local electric properties using Scanning Probe Microscopy. For realization was chosen Scanning Spreading Resistance Microscopy. Important part of this technique is current amplifier. For that reason, operational amplifiers, circuits with them and implementation of new amplifier on microscop are described. Last chapter is dedicated to description of samples, which were used to test functionality of the amplifier and technique.

Klíčová slova

SPM, AFM, SSRM, operační zesilovač, logaritmický zesilovač

Keywords

SPM, AFM, SSRM, operational amplifier, logarithmic amplifier

KRAMÁŘ, J. *Pokročilé techniky SPM měření elektrických vlastností materiálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2022. 39 s. Vedoucí Ing. Michal Pavera, Ph.D.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval sám pod odborným vedením mého vedoucího, a že veškerá použitá literatura je uvedena v seznamu citací.

Jan Kramář

Chtěl bych poděkovat svému vedocímu doktoru Ing. Michalu Paverovi, Ph.D. za odborné vedení a rady, které byly vždy užitečné. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Ondřeji Novotnému za spoustu rad a pomoci během měření. Dále děkuji Ing. Ondřeji Černekovi a Ivanu Mahdíkoví za praktické rady a výpomoc se zapojením. Děkuji firmě NenoVision s.r.o. za poskytnutí potřebného zázemí k práci. Část práce byla provedena za podpory výzkumné infrastruktury CzechNanoLab (ID LM2018110, MŠMT, 2020-2022), CEITEC Vysoké učení technické v Brně. V neposlední řadě bych chtěl poděkovat rodině a všem přátelům za podporu a trpělivost během celé doby mého studia.

Jan Kramář

Obsah

Úvod	1
1 Mikroskopie atomárních sil	3
1.1 Fyzikální princip	3
1.2 Měřicí režimy	4
2 Techniky měření elektrických vlastností na SPM mikroskopu	7
2.1 Vodivostní mikroskopie atomárních sil	7
2.2 Kelvinova silová mikroskopie	7
2.3 Rastrovací kapacitní mikroskopie	8
2.4 Mikroskopie elektrostatické síly	9
2.5 Rastrovací odporová mikroskopie	10
3 Instrumentace	13
3.1 Mikroskop LiteScope	13
3.2 Samosnímací sondy	14
3.3 Sondy s platinovým drátkem	15
3.4 Operační zesilovač	16
4 Návrh řešení techniky SSRM	19
4.1 Zapojení zesilovače	19
4.2 Testování zesilovače	21
4.3 Zapojení na mikroskopu	23
4.4 Rozsah vstupních proudů	24
5 Testování vzorků	27
5.1 Kalibrační mřížka	27
5.2 Dopované vrstvy křemíku	30
Závěr	33
Literatura	35
Seznam použitých zkratk	39

Úvod

Nepřetržitý technologický a digitální vývoj ve světě požaduje stále dokonalejší elektronické součástky. K jejich vývoji a výrobě je zapotřebí široké škály materiálů s velmi specifickými vlastnostmi. Pro zdokonalení vlastností těchto materiálů je klíčová jejich charakterizace. Ta však neustále naráží na vědecké limity, které je třeba posouvat. To umožňuje stále komplexnější metody analýzy vzorků, které se dělí do různých skupin. Mezi nejvíce rozvinuté skupiny patří rastrovací elektronová mikroskopie (SEM z angl. *Scanning Electron Microscopy*) a rastrovací sondová mikroskopie (SPM z angl. *Scanning Probe Microscopy*). Elektronová mikroskopie analyzuje vzorek pomocí pohyblivého svazku elektronů zatímco sondová mikroskopie využívá přiblížení velmi ostrých hrotů blízko k povrchu vzorku. Každá technika však dává jinou informaci o měřeném vzorku a proto je nutné vzorky přenášet a analyzovat na různých přístrojích. Ideální je technikami analyzovat stejná místa vzorku, kdy kombinací kombinací technik lze dosáhnout přesnější a komplexnější analýzy. Implementací více technik do jednoho zařízení lze analýzu urychlit a současně velmi přesně korelovat naměřená data. Zároveň se snižuje náchylnost k ovlivnění vzorku vnějšími podmínkami při jeho přesouvání.

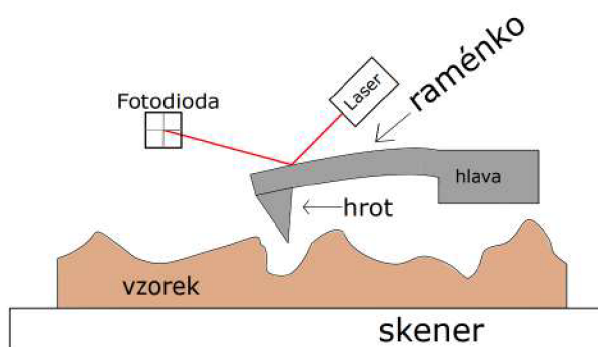
Měření korelativní mikroskopie umožňuje například SPM mikroskop LiteScope od firmy NenoVision, který je navržený k použití ve vakuové komoře elektronového mikroskopu. To umožňuje současně pozorovat techniky SEM a SPM na stejném místě vzorku. Z jednoho provedeného měření tak lze dostat obraz mikroskopu SEM a výstup mikroskopu SPM.

Použitím různých sond na SPM mikroskopu lze souběžně sledovat různé vlastnosti vzorku (např. elektrické, magnetické, mechanické). V této práci jsou popsány techniky, které využívají elektricky vodivých sond pro charakterizaci elektrických vlastností vzorků. Tyto techniky využívají zejména sond s vodivým hrotem, kdy při přiblížení hrotu ke vzorku nastává elektrický kontakt. Dále je navržena realizace techniky rastrovací odporové mikroskopie (SSRM z angl. *Scanning Spreading Resistance Microscopy*) na SPM mikroskopu LiteScope.

K měření potřebných veličin se užívá operační zesilovač. Jsou popsána některá jeho zapojení, která umožňují zlepšit jeho vlastnosti či dosáhnout komplexnějších vlastností. Poslední kapitola se zabývá popisem vzorků vhodných k otestování této techniky.

1. Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (AFM z angl. *Atomic Force Microscopy*) je mikroskopická technika, která se používá k trojrozměrnému zobrazení povrchu vzorku (topografie)[2]. K měření se využívá meziatomových sil interagujících mezi rastrovacím hrotem a vzorkem. Mikroskopy typu AFM se skládají z raménka s hrotem (angl. *cantilever*), stolku pro umístění vzorku, skeneru, laseru a fotodiody. Skener přesouvá hrot přes každý bod požadované měřené oblasti, tento proces se označuje jako rastrování. Na obrázku 1.1 je znázorněno schéma mikroskopu AFM. Při interakci hrotu s atomy vzorku dochází k průhybu raménka. Průhyb raménka udává vzdálenost mezi hrotem a vzorkem. Pomocí laseru, který svítí na raménko je možné tento průhyb detekovat. Odražený laserový svazek je zachytáván na fotodiodu. Fotodioda je rozdělena na horní a dolní část. Je-li intenzita odraženého svazku vyšší v jedné části, fotoproud na té části fotodiody je také vyšší a lze zjistit průhyb raménka, ze kterého lze určit vzdálenost hrotu od vzorku. [1]



Obrázek 1.1: Schéma mikroskopu AFM.

1.1. Fyzikální princip

Během rastrování dochází k přiblížení hrotu k povrchu vzorku. Působení sil mezi atomy hrotu a vzorku je popsáno pomocí Lennard-Jonesova potenciálu

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

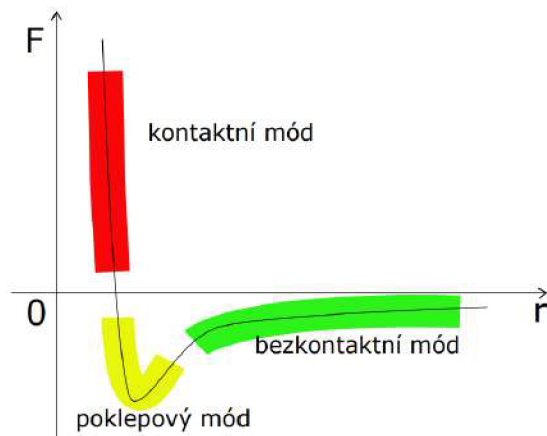
kde ϵ je minimální hodnota potenciální energie, a zároveň energie v místě, kde je výsledná síla nulová, σ je vzdálenost mezi atomy hrotu a vzorku, při které je potenciál nulový. [3] Výslednou sílu mezi hrotem a vzorkem lze získat jako záporně vzatou derivace potenciálu

$$F(r) = -\frac{dU(r)}{dr} = -24\epsilon \left[\frac{2\sigma^{12}}{r^{13}} - \frac{\sigma^6}{r^7} \right]. \quad (1.2)$$

Síla se skládá ze dvou složek. Přitažlivá složka je úměrná menším vzdálenostem r^{-13} . Odpudivá složka je úměrná větším vzdálenostem r^{-7} .

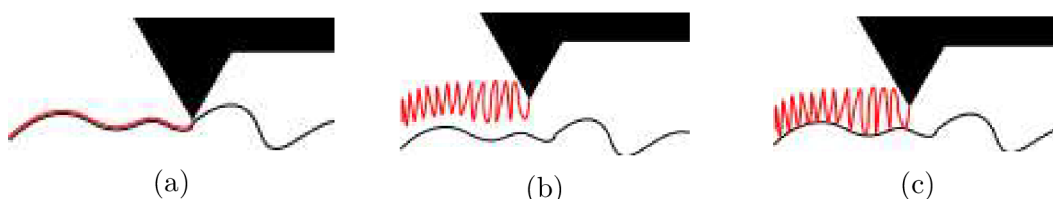
1.2. Měřící režimy

Dle způsobu měření se AFM dělí na 3 různé režimy. Na obrázku 1.2 je zobrazena závislost výsledné síly na vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem. Současně jsou znázorněny oblasti, ve kterých se využívají různé režimy.



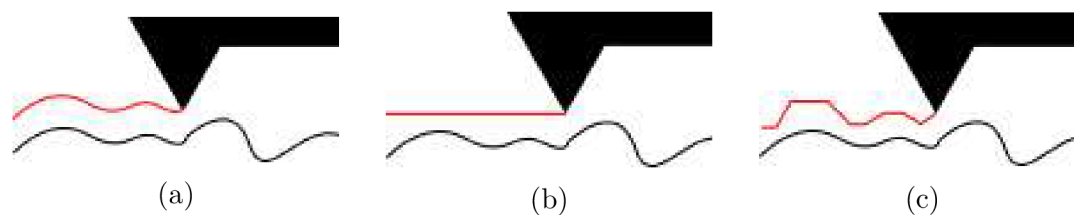
Obrázek 1.2: Závislost výsledné síly mezi hrotem a vzorkem v závislosti na jejich vzdálenosti a vyznačené oblasti režimů AFM.

Režimy se dělí na kontaktní, bezkontaktní a pokleповý (viz. obr. 1.3).



Obrázek 1.3: Režimy AFM. a) Kontaktní režim, b) bezkontaktní režim, c) pokleповý režim. Černá křivka značí topografii vzorku a červená křivka značí trajektorii hrotu.

V kontaktním režimu (viz. obr. 1.3a) je hrot přitlačen na vzorek a dochází k přímému kontaktu. Tento režim má největší citlivost a je vhodný k měření tvrdých povrchů. Při měření měkkých povrchů může dojít k poškození vzorku. Kontaktní režim lze dále rozdělit na 3 módy. V módu s konstantní silou, je využívána zpětná vazba ze signálu fotodiody. Systém zpětné vazby řídí piezoelement, který se ovládáním vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem snaží držet konstantní průhyb raménka regulováním jeho výšky. V módu s konstantní výškou je pouze zaznamenáván průhyb raménka, systém zpětné vazby je vypnutý. Spojením těchto módů je kombinovaný mód. Mód konstantní výšky je rychlejší, může být však méně přesný. Mód konstantní síly je přesnější, ale rychlost rastrování je omezena rychlostí zpětné vazby. Módy kontaktního režimu jsou zobrazeny na obrázku 1.4.



Obrázek 1.4: Módy kontaktního režimu. a) Mód konstantní síly, b) mód konstantí výšky, c) kombinovaný mód. Černá křivka značí topografii vzorku a červená křivka značí trajektorii hrotu.

U bezkontaktního režimu (viz. obr. 1.3b) je hrot ve větší vzdálenosti od vzorku. Raménko je pomocí piezoelementu rozkmitáno na frekvenci, která je blízká vlastní rezonanční frekvenci raménka. Změna této vzdálenosti způsobí změnu frekvence kmitání raménka. Ze změn frekvence v jednotlivých bodech je rekonstruována topografie vzorku. Výhodou tohoto režimu je menší šance na poškození vzorku.

Pokleповý režim (viz. obr. 1.3c) je kombinace kontaktního a bezkontaktního režimu. Kmitání popsané u bezkontaktního režimu je nastaveno tak, aby v nejnižším bodě došlo ke kontaktu mezi hrotem a vzorkem. Lze tak udržet rozlišení kontaktního režimu a zároveň snížit pravděpodobnost poškození hrotu nebo vzorku, která je u kontaktního režimu vysoká.

2. Techniky měření elektrických vlastností na SPM mikroskopu

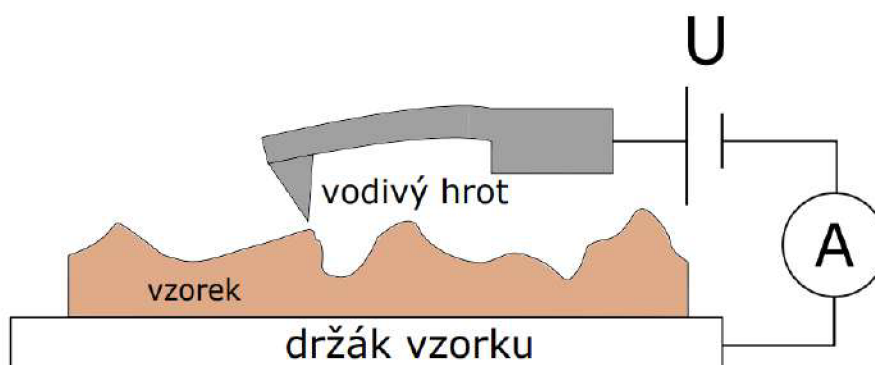
Cílem této kapitoly je rešeršní studie na techniky měření elektrických vlastností. K popisu byly zvoleny jen některé více rozšířené metody. Postupně jsou popsány vodivostní mikroskopie atomárních sil (CAFM z angl. *Conductive Atomic Force Microscopy*), kelvinova silová mikroskopie (KPFM z angl. *Kelvin Probe Force Microscopy*), rastrovací kapacitní mikroskopie (SCM z angl. *Scanning Capacitance Microscopy*), mikroskopie elektrostatické síly (EFM z angl. *Electrostatic Force Microscopy*) a rastrovací odporová mikroskopie.

2.1. Vodivostní mikroskopie atomárních sil

Vodivostní mikroskopie atomárních sil je technika, která slouží k určení lokální vodivosti vzorku. Měření vodivosti probíhá současně s měřením topografie vzorku. K měření CAFM je potřeba mít sondu s vodivým hrotem, který umožní elektrický kontakt se vzorkem. Rastrování vzorku probíhá v kontaktním nebo poklepovém módu. Na vodivý hrot je přivedeno napětí. Měřením proudu, který protéká vzorkem lze z Ohmova zákona určit lokální vodivost v daném bodě vzorku

$$G = \frac{I}{U}. \quad (2.1)$$

kde G je vodivost materiálu, U je napětí přivedené na hrot a I je proud prošlý vzorkem. Metoda CAFM umožňuje měřit proudy řádově v rozsahu 1 nA až 50 nA. Problémem u této techniky je vysoká proudová hustota na vodivém hrotu, který má tak často krátkou životnost. Výstupem metody je topografie a mapa lokální vodivosti vzorku. Schéma CAFM je znázorněno na obrázku 2.1.



Obrázek 2.1: Schéma měření techniky CAFM.

2.2. Kelvinova silová mikroskopie

Kelvinova silová mikroskopie je technika měření rozložení elektrického potenciálu na povrchu vzorku. Měření KPFM může probíhat jednorůchodově (současně při měření topografie) tak i dvourůchodově. KPFM využívá poklepového módu AFM. Cílem je určení

2.3. RASTROVACÍ KAPACITNÍ MIKROSKOPIE

kontaktního potenciálu mezi hrotem a vzorkem V_{CPD} (CPD z angl. *contact potencial difference*) popsaný rovnicí 2.2

$$V_{CPD} = \frac{\phi_{hrot} - \phi_{vzorek}}{-e} \quad (2.2)$$

kde ϕ_{hrot} resp. ϕ_{vzorek} jsou výstupní práce materiálu hrotu resp. vzorku, a $-e$ je náboj elektronu[11]. Na vzorek je přivedeno sinusové napětí $V_{AC}\sin(\omega t)$ s offsetem V_{DC} dle rovnice 2.3

$$V = V_{DC} + V_{AC}\sin(\omega t). \quad (2.3)$$

Frekvence kmitání napětí je nastavena tak, aby byla rovna rezonanční frekvenci sondy. Výsledný rozdíl napětí určíme podle rovnice 2.4

$$\Delta V = V_{CPD} - V_{DC} - V_{AC}\sin(\omega t). \quad (2.4)$$

Elektrostatická síla se dá vyjádřit podle rovnice 2.5

$$F(z) = -\frac{1}{2}\Delta V^2 \frac{dC}{dz}, \quad (2.5)$$

kde z vzdálenost mezi hrotem a vzorkem, $\frac{dC}{dz}$ je změna kapacity symbolicky znázorněného kondenzátoru na obrázku 2.2 ve směru osy z . Následným dosazením 2.4 do 2.5 lze dostat sílu vyjádřenou v závislosti na přiloženém napětí

$$F(z) = -\frac{1}{2} \frac{dC}{dz} [V_{DC} \pm V_{CPD} + V_{AC}\sin(\omega t)]^2. \quad (2.6)$$

Z rovnice 2.6 lze určit tři speciální případy. Pro $\omega = 0$ nastává statické vychýlení hrotu, během kterého je měřena topografie. Při frekvenci ω se určuje kontaktní potenciál V_{CPD} podle rovnice 2.7

$$F(z) = -\frac{dC}{dz} (V_{DC} \pm V_{CPD}) V_{AC}\sin(\omega t). \quad (2.7)$$

Pomocí systému zpětné vazby je nastaveno V_{DC} vždy tak aby výsledná síla byla nulová a následně je určen kontaktní potenciál V_{CPD} .

2.3. Rastrovací kapacitní mikroskopie

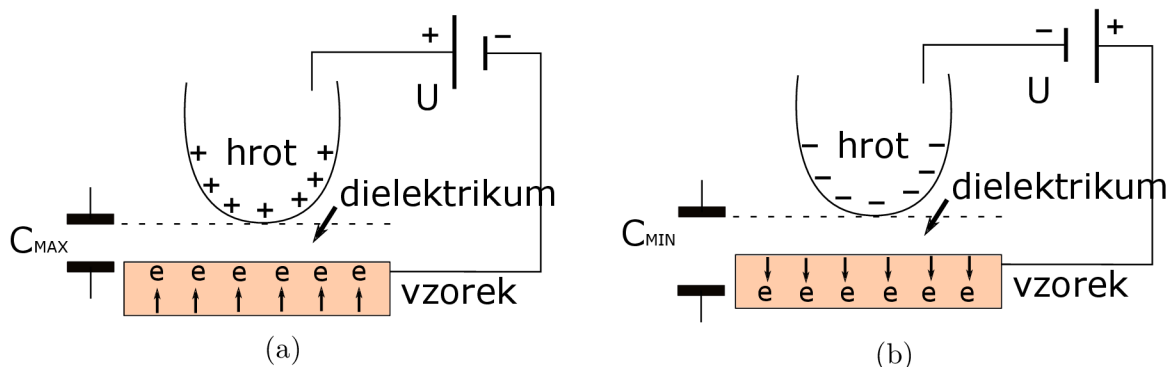
Rastrovací kapacitní mikroskopie je technika určená k charakterizaci změny kapacity mezi hrotem a vzorkem. Zároveň možné měřit koncentraci dopantů v polovodivých materiálech. Ukázalo se, že naměřené hodnoty značně korelují s hodnotami naměřenými hmotnostní spektroskopií sekundárních iontů (SIMS z angl. *Secondary Ion Mass Spectroscopy*)[8]. Tato metoda měří změnu kapacity mezi hrotem a vzorkem, která závisí na vlastnostech materiálu vzorku v místě měření. Mezi hrot a vzorek je přivedeno kmitající napětí ve tvaru rovnice 2.3. V momentě, kdy nastane maximum napětí se na hrotu shromáždí kladné náboje (obrázek 2.2a). Tím dojde k posunutí elektronů (záporných nábojů) směrem ke hrotu a vytvoření symbolického kondenzátoru (na obrázku znázorněn u C_{MAX} a C_{MIN}). V momentě, kdy nastane minimum napětí, na hrotu dojde k úbytku kladných nábojů (obrázek 2.2b). Elektrony ve vzorku proto nemají tendenci shlukovat se u povrchu. Dojde

2. TECHNIKY MĚŘENÍ ELEKTRICKÝCH VLASTNOSTÍ NA SPM MIKROSKOPU

k posunutí "desek" kondenzátoru což vyústí ve snížení jeho kapacity. Pro frekvenci 2ω přejde rovnice 2.6 do tvaru

$$F(z) = \frac{dC}{dz} \frac{1}{4} V_{AC}^2 [\cos(2\omega t) - 1], \quad (2.8)$$

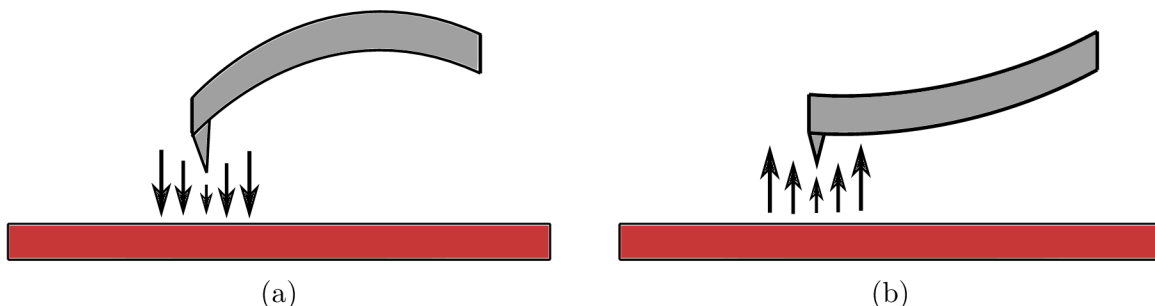
při nulové síle je z této rovnice možné určit změnu potenciálu $\frac{dC}{dz}$.



Obrázek 2.2: Schéma tvoření symbolického kondenzátoru u metody SCM. a) Maximální kapacita, která nastává pro maximum napětí, b) minimální kapacita, která nastává pro minimum napětí.

2.4. Mikroskopie elektrostatické síly

Mikroskopie elektrostatické síly je technika, která slouží k určení gradientu elektrického pole vzorku. Technika využívá rozkmitání raménka na jeho vlastní rezonanční frekvenci a poté při interakci sondy se vzorkem dojde ke vzniku pnutí sondy, následkem čehož se sonda prohne a dojde ke změně mechanických vlastností a posunutí rezonanční frekvence. Prohnutí sondy je znázorněno na obrázku 2.3. Z posunutí je možné určit gradient elektrického pole. Narozdíl od předchozích metod, EFM musí probíhat dvouprůchodově. Při prvním průchodu sondy je zaznamenána topografie vzorku. Před druhým průchodem je sonda zdvižena výše nad vzorek a při cestě zpět jsou zaznamenány posunutí rezonanční křivky. Výstupem techniky je topografie a mapa gradientu rozložení elektrického pole.



Obrázek 2.3: Prohnutí sondy u metody EFM způsobené elektrickým gradientem pro a) přitažlivý gradient, b) odpuzivý gradient.

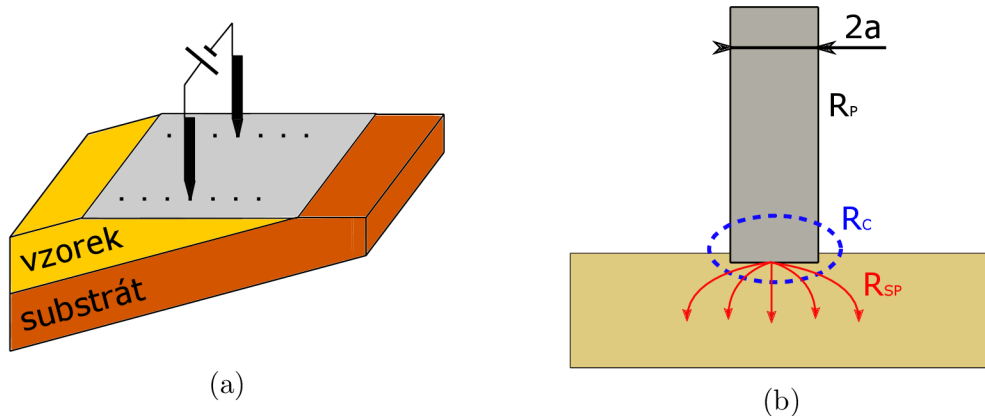
2.5. Rastrovací odporová mikroskopie

Rastrovací odporová mikroskopie je technika měření povrchové rezistivity vzorku. SSRM vychází z metody profilování šířícího se odporu (SRP z angl. *Spreading Resistive Profiling*). SRP není technikou, která spadá do souboru SPM. Schéma techniky SRP je tvořeno sondou s dvěma hroty, mezi které je přivedeno napětí. Při přiložení sond ke vzorku je měřen proud, který prochází mezi sondami. Na obrázku 2.4a je zobrazeno schéma metody SRP. Měření je prováděno v oblasti lomu vzorku a v různých hloubkách materiálu. Stopy po měření jsou znázorněny černými tečkami. Naměřený odpor se skládá ze tří částí. Hlavní částí je šířící se odpor R_{SP} (z angl. *spreading resistance*), další je odpor kontaktu R_C a odpor sondy R_P . Měření metody SSRM je narušeno od SRP prováděno jedním hrotem dle obrázku 2.5. Výsledný odpor pro metodu SSRM je určen dle rovnice 2.9 jako

$$R = R_P + R_C + R_{SP}. \quad (2.9)$$

Měřené odpory jsou znázorněny na obrázku 2.4b. Modrá oblast znázorňuje odpor kontaktu. Červené křivky popisují proud, který se šíří vzorkem. Proud je funkcí rezistivity materiálu a zároveň závisí na tvaru hrotu. Metoda využívá válcový hrot s hladkou plochou a poloměrem a , výsledný odpor je dán jako $R_{SP} = \frac{\rho}{4a}$, kde ρ určuje rezistivitu materiálu. Pro poloměry hrotu o velikosti $r \approx 1\mu\text{m}$ je šířící se odpor $R_{SP} \approx 2500\rho$ a je značně větší než ostatní odpory. Zanedbáním ostatních lze určit výslednou rezistivitu materiálu dle vztahu 2.10

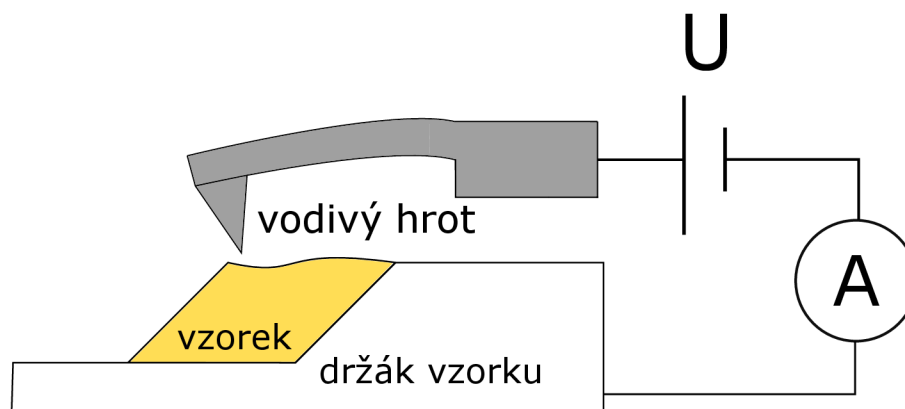
$$R = R_P + R_C + R_{SP} \approx R_{SP} = \frac{\rho}{4a}. \quad (2.10)$$



Obrázek 2.4: a) Schéma měření metody SRP, b) odpory elektrického kontaktu.

Při samotném měření SSRM probíhá současně měření topografie a rezistivity vzorku. Schéma je tvořeno sondou s vodivým hrotem, na který je přivedeno napětí. Měřením proudu, který protéká vzorkem lze z Ohmova zákona určit výsledný odpor a tedy rezistivitu dle rovnice 2.10. Na obrázku 2.5 je znázorněno schéma SSRM. Vzorek je nakloněn o úhel lomu aby měřená oblast co nejvíce odpovídala rovině.

2. TECHNIKY MĚŘENÍ ELEKTRICKÝCH VLASTNOSTÍ NA SPM MIKROSKOPU

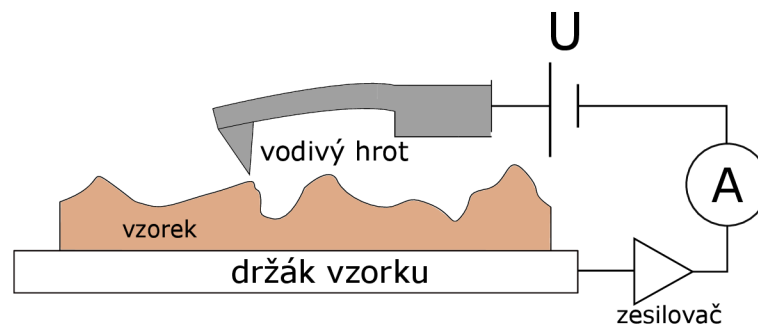


Obrázek 2.5: Schéma techniky SSRM.

Základní principy techniky SSRM jsou stejné jako u CAFM. Výhodou SSRM je, že umožňuje měřit mnohem větší rozsahy proudů prošlých vzorkem, řádově 10 pA až 1 mA. Měření v takovém rozsahu umožňuje lepší analýzu vzorků s různě vodivými materiály.

3. Instrumentace

K návrhu řešení na SPM mikroskopu byla zvolena metoda SSRM. Měření bylo prováděno na SPM mikroskopu LiteScope, který je popsán v této kapitole. Mikroskop LiteScope využívá tzv. samosnímacích sond popsanych v této kapitole. Z důvodu jejich častého opotřebením vlivem třecí síly a vysoké proudové hustoty byly vyrobeny sondy z platinového drátu podobné STM sondám (STM z angl. *Scanning Tunneling Microscopy*). Dále je v této kapitole popsán operační zesilovač, součástka, která je klíčová pro měření proudů. U metod CAFM a SSRM je zásadní přesně měřit proud prošlý vzorkem. Principiálně jsou tyto techniky stejné, ale liší se zesilovačem určeným k zesílení proudu pro jeho snazší detekci. Technika CAFM využívá lineární zesilovače s menším rozsahem zatímco SSRM využívá logaritmického zapojení zesilovače. Schéma metody SSRM je zobrazeno na obrázku 3.1.

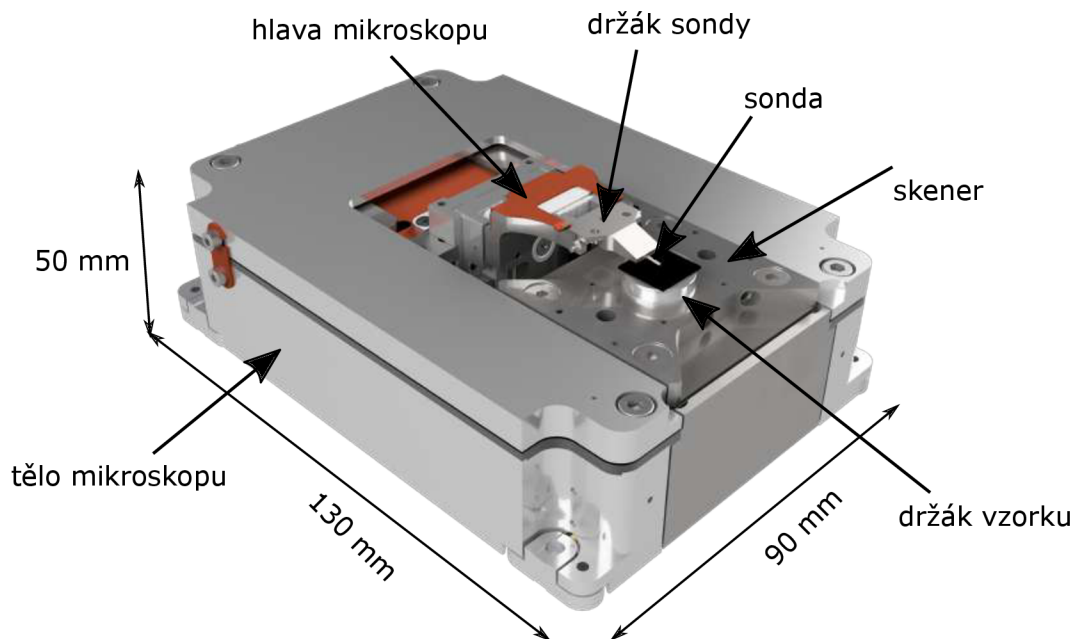


Obrázek 3.1: Schéma měření techniky SSRM. Mezi vodivý držák proudu a ampérmetr je připojen zesilovač proudu.

3.1. Mikroskop LiteScope

K vývoji a testování metody SSRM byl zvolen mikroskop LiteScope od firmy NenoVision[21]. LiteScope je SPM mikroskop, který je navržený jako příslušenství pro rastrovací elektronový mikroskop (SEM z angl. *Scanning Electron Microscopy*)[22]. Výhodou mikroskopu LiteScope je jeho malá velikost, která umožňuje vložit mikroskop do vakuové komory elektronového mikroskopu. Lze tak současně měřit topografii, různé techniky SPM a výstupní obraz z elektronového mikroskopu. Malá velikost je umožněna využíváním samosnímacích sond, které jsou popsány v dalším odstavci. Tyto sondy dokaží nahradit laserový detekční systém. Na obrázku 3.2 je zobrazen mikroskop LiteScope. Skládá se z hlavy mikroskopu, držáku sondy, sondy, skeneru a držáku vzorku. Vzorek je umístěn na držáku vzorku, který je pevně spojen se skenerem. Skener obstarává rastrování vzorku. Mikroskop je spojený s kontrolní elektronikou a ovládán řídicím softwarem.

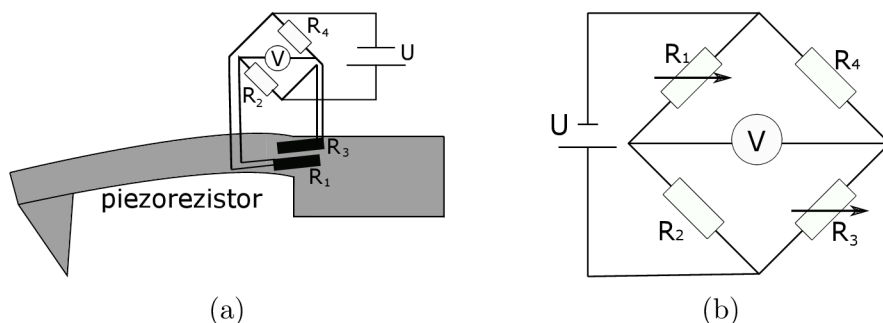
3.2. SAMOSNÍMACÍ SONDY



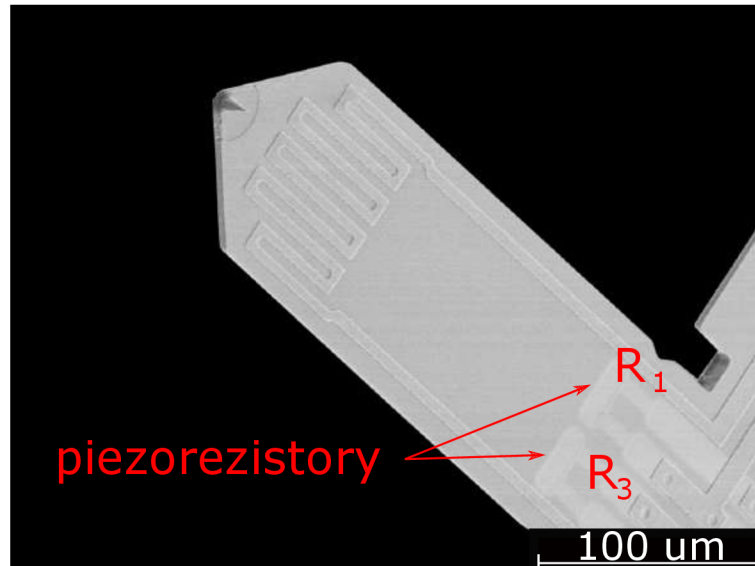
Obrázek 3.2: SPM mikroskop Litescope.

3.2. Samosnímací sondy

Samosnímací sondy jsou sondy, které ke sledování průhybu raménka nepotřebují žádné jiné další zařízení (např. laser a fotodiodu). Jednou z možností konstrukce takové sondy, je využít piezorezistivního jevu. Piezorezistivní jev je schopnost materiálu měnit odpor při jeho deformaci. Na raménku sondy je zabudován Wheatstonův můstek, obvod, který umožňuje detekovat velmi malé změny odporu. Wheatstonův můstek se skládá z dvou referenčních pevně nastavených odporů R_2 a R_4 . Proměnné odpory R_1 a R_3 způsobují nevyvážení Wheatstonova můstku, které ovlivní napětí na voltmetru V . Zapojení můstku je na obrázku 3.3b. Ovládáním obvodu pomocí napětí U lze můstek vyrovnávat, tedy ovládat průhyb raménka. Schéma samosnímací sondy je na obrázku 3.3a. Piezorezistory jsou umístěny na kraj raménka, kde je ohybový moment největší. Reálna samosnímací sonda je na obrázku 3.4.



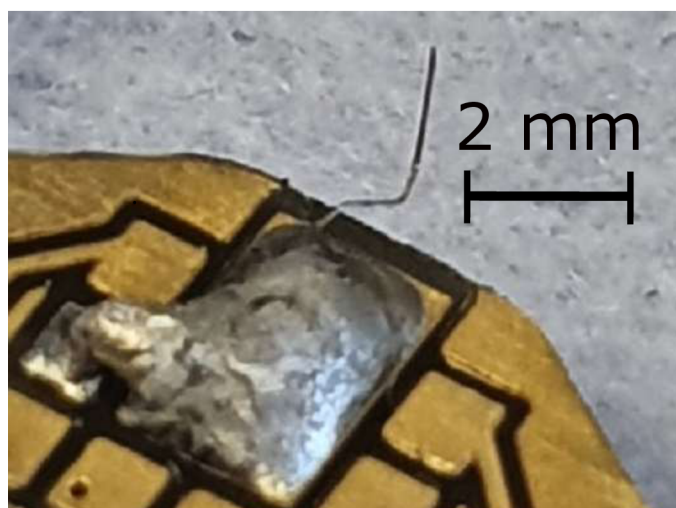
Obrázek 3.3: Princip samosnímacích sond. a) Umístění piezorezistorů na raménku sondy, b) zapojení Wheatstonova můstku.



Obrázek 3.4: Reálná samosnímací sonda s vyznačenými piezorezistory.

3.3. Sondy s platinovým drátkem

Vodivé hroty jsou často vyráběny naprášením tenké vrstvy vodivého materiálu (většinou platina) na křemíkové hroty, které nejsou dostatečně vodivé. Měření lokální vodivosti je prováděno v kontaktním režimu. Hrot je tak v neustálém kontaktu se vzorkem. Po určitém čase dojde k ošoupaní vodivé vrstvy platiny a ztrátě elektrického kontaktu. Z tohoto důvodu dochází k častému opotřebení. Proto byly vyrobeny sondy z platinového drátu podobné STM hrotům. Z platinového drátu o průměru 0,5 mm byla tahem oddělena kratší část. To vytvořilo na jejím konci ostrý hrot. Napájením této části na desku plošných spojů tak byla vytvořena sonda, pomocí které lze měřit lokální vodivost. Sonda je zobrazena na obrázku 3.5.



Obrázek 3.5: Vyrobená sonda z platinového drátu.

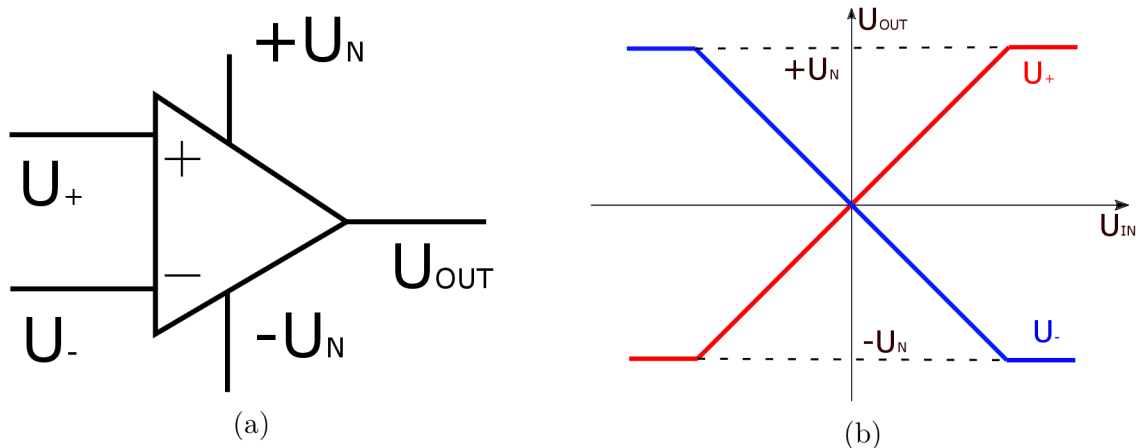
3.4. Operační zesilovač

Operační zesilovač je elektronický obvod, který s využitím vnějších zdrojů mění parametry vstupního signálu. Úkolem zesilovače je zesílení signálu v obvodu. Na obrázku 3.6a je znázorněno značení zesilovače. Zesilovače mají dva vstupy, kladný U_+ a záporný U_- . Jako vnější zdroj slouží kladné napájecí napětí $+U_N$ a záporné napájecí napětí $-U_N$. Typický zesilovač má jeden výstup U_{OUT} .

Hlavním parametrem operačního zesilovače je jeho zisk (zesílení), který udává poměr velikosti výstupního a vstupního signálu dle rovnice 3.1

$$A = \frac{U_{OUT}}{U_+ - U_-}. \quad (3.1)$$

Operační zesilovače mají dle vztahu 3.1 lineární přenosovou funkci. Velikost výstupního napětí je však omezená saturací, která udává nejvyšší možnou hodnotu výstupního napětí. Na obrázku 3.6b je znázorněna převodní charakteristika. Na ose x je hodnota napětí U_{IN} , která je pro červenou křivku přivedena na kladnou svorku U_+ a pro modrou křivku na zápornou svorku U_- . Maximální možná hodnota výstupního napětí je rovna hodnotě napájecího napětí U_N .



Obrázek 3.6: a) Značení operačního zesilovače, b) převodní charakteristika a saturace zesilovače.

V úvodu této kapitoly je zmíněno, že úkolem zesilovače je zesílovat vstupní proud. Uvedené vztahy však počítají se vstupním napětím. K popisu proudového zesílení je využito invertujícího zapojení, které je zobrazeno na obrázku 3.7a. Vstupní napětí je přivedeno přes odpor R na zápornou svorku zesilovače. Kladná svorka je uzemněna. Spojení vstupní svorky s výstupní přes odpor R_S se nazývá zpětná vazba. Do vstupních svorek zesilovače zpravidla nemůže téct žádný proud. Vstupní proud I_{IN} tedy musí téct přes zpětnou vazbu a musí se rovnat proudu tekoucímu přes rezistor R_S . Z uzlového pravidla lze získat rovnici

$$I_{IN} = \frac{U_{IN}}{R} = -\frac{U_{OUT}}{R_S}, \quad (3.2)$$

kde znaménko mínus vzniká díky připojení na zápornou svorku. Z rovnice 3.2 lze vyjádřit výstupní napětí jako funkci vstupního proudu podle rovnice 3.3

$$U_{OUT} = -\frac{U_{IN}}{R} \cdot R_S = -I_{IN} \cdot R_S. \quad (3.3)$$

Kombinací zapojení se zpětnou vazbou lze dosáhnout zapojení zesilovačů, které umí např. sčítat, odčítat a porovnávat napětí, tedy provádět matematické operace. Proto nesou název operační zesilovače. Nahrazením rezistorů různou součástí lze získat výstupní napětí v závislosti na dané součástce. Například pro nahrazení kondenzátorem lze získat integrační nebo derivační zesilovač znázorněný na obrázku 3.7b a 3.7c. Jelikož pro nabíjení kondenzátoru platí vztah

$$I = C \frac{dU_{IN}}{dt}. \quad (3.4)$$

Dle rovnice 3.2 a uzlového pravidla lze psát

$$I_{IN} = \frac{U_{IN}}{R} = -C \frac{dU_{OUT}}{dt}. \quad (3.5)$$

Vyjádřením dU_{OUT} a následnou integrací lze odvodit vztah

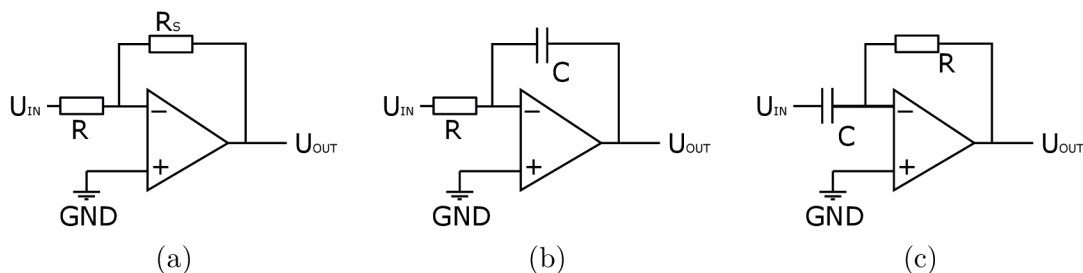
$$U_{OUT} = \int_0^t \frac{-U_{IN}}{RC} dt. \quad (3.6)$$

Derivační zesilovač lze zapojit dle schéma na obrázku 3.7c. Podobně jako pro integrační zesilovač platí rovnost

$$I_{IN} = C \frac{dU_{IN}}{dt} = -\frac{dU_{OUT}}{R}. \quad (3.7)$$

Z rovnice 3.7 lze vyjádřit výstupní napětí dle vztahu

$$U_{OUT} = -RC \frac{dU_{IN}}{dt}. \quad (3.8)$$



Obrázek 3.7: Schéma vybraných zapojení s operačním zesilovačem. a) Invertující zesilovač, b) integrující zesilovač, c) derivující zesilovač.

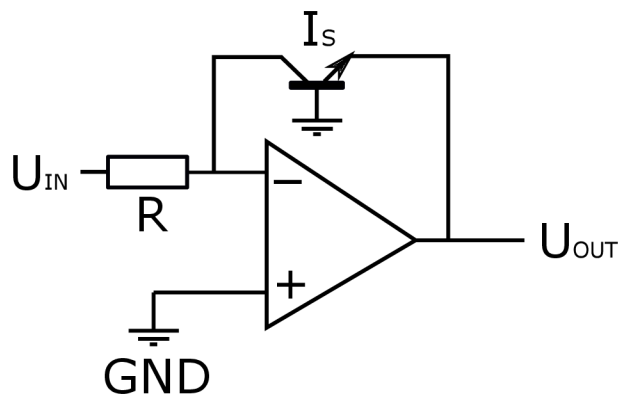
Použitím správné součástky lze dosáhnout integrujících a derivujících zesilovačů. Pro získání logaritmické přenosové funkce je zapotřebí správné součástky. Nabízejí se dvě možnosti zapojení, pomocí diody nebo tranzistoru. Na obrázku 3.8 je zobrazeno schéma zapojení operačního zesilovače s tranzistorem. Vyjádřením proudů z uzlového pravidla lze dostat vztah pro rovnost proudů

3.4. OPERAČNÍ ZESILOVAČ

$$I_{IN} = \frac{U_{IN}}{R} = -I_S e^{\frac{-U_{OUT}}{U_T}}. \quad (3.9)$$

Z rovnice 3.9 lze vyjádřit výstupní napětí dle vztahu

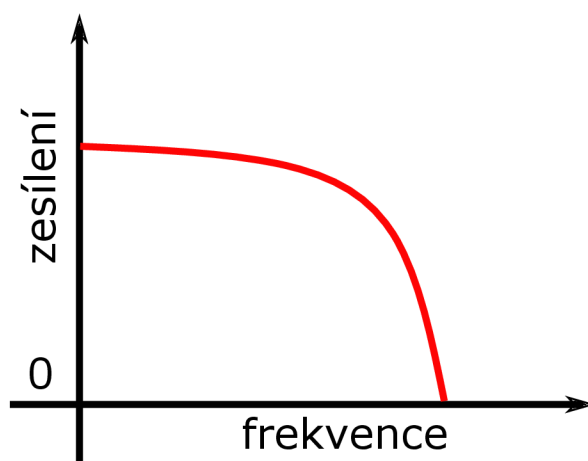
$$U_{OUT} = -U_T \ln \frac{U_{IN}}{R I_S}. \quad (3.10)$$



Obrázek 3.8: Schéma zapojení logaritmického zesilovače s využitím tranzistoru.

Jednoduchým zapojením lze takto dosáhnout logaritmického zesilovače. Komerčně se však využívají složitější zapojení např. pro jejich menší tepelnou závislost, větší vstupní rozsahy a redukci rušení.

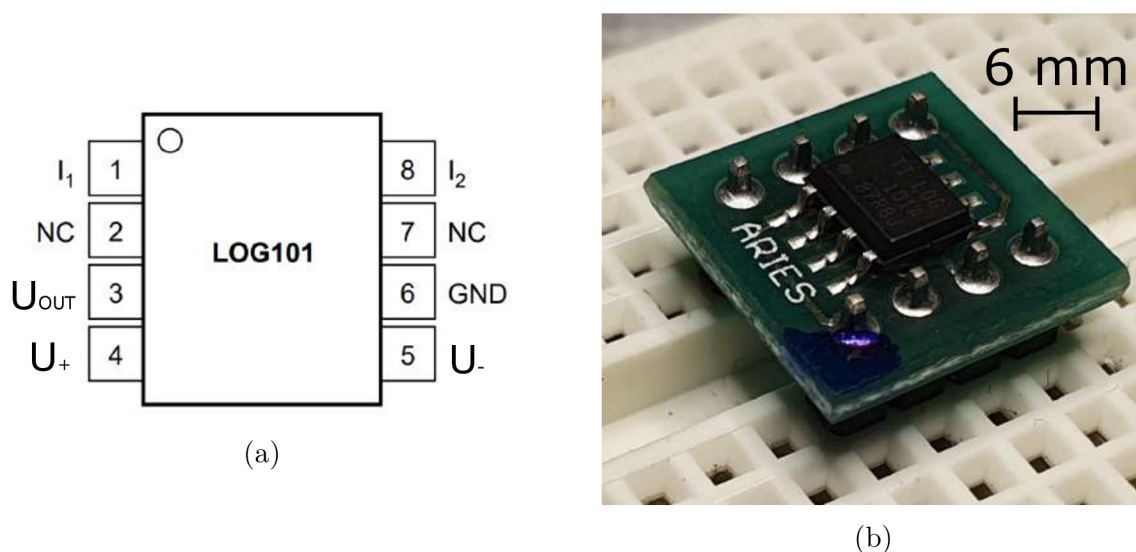
Při zapojení střídavého napětí na vstupní svorky zesilovače se určuje šířka pásma. Zisk zesilovače A se zvyšuje nebo snižuje v závislosti na frekvenci vstupního napětí. Operační zesilovač dokáže zesilovat pouze určité frekvence, tzv. filtrovat. Zapojení ve formě integračního zesilovače dle obrázku 3.7b funguje podobně jako dolní propust, filtr, který se zvyšující se frekvencí snižuje zisk. Na obrázku 3.9 je zobrazena závislost zesílení na frekvenci vstupního signálu pro pásmovou propust.



Obrázek 3.9: Závislost zesílení na frekvenci vstupního signálu pro dolní propust.

4. Návrh řešení techniky SSRM

Hlavním parametrem výběru logaritmického zesilovače byl rozsah vstupních proudů. Pro tuto práci byl zvolen zesilovač LOG101AID4 od firmy Texas Instruments. Na obrázku 4.1a je znázorněno schéma zesilovače s jeho svorkami. Výrobce udáváný vstupní rozsah je 0,1 nA až 3,5 mA. Napájecí napětí má rozsah $\pm(4,5 \text{ až } 18) \text{ V}$. Vstupní proud je značen I_1 , NC značí svorky, které nejsou nijak připojeny, U_{OUT} značí výstupní napětí, U_+ resp. U_- značí kladné resp. záporné napájecí napětí, I_2 značí referenční proud a GND značí uzemnění obvodu. Pro jednoduché zapojení zesilovače je využíváno nepájivé kontaktní pole. Pro zapojení zesilovače do tohoto pole jej bylo nutné napájet přes redukci dle obrázku 4.1b. Zelená část je redukce, k ní připájený zesilovač je černá "krabička". [23, 24]



Obrázek 4.1: Zesilovač LOG101AID4 a a) značení jeho vstupních svorek, b) zapojení zesilovače do nepájivého pole. Modrá barva značí svorku č. 1 pro lepší orientaci.

4.1. Zapojení zesilovače

Vnitřní schéma zesilovače je zobrazeno na obrázku 4.2. Zesilovač je tvořen dvěma operačními zesilovači, dvěma tranzistory, dvěma obvody a kompenzačním kondenzátorem. Vstupní proud I_1 je zapojen do záporného vstupu zesilovače A_1 , který je zapojen v kombinaci s tranzistorem.

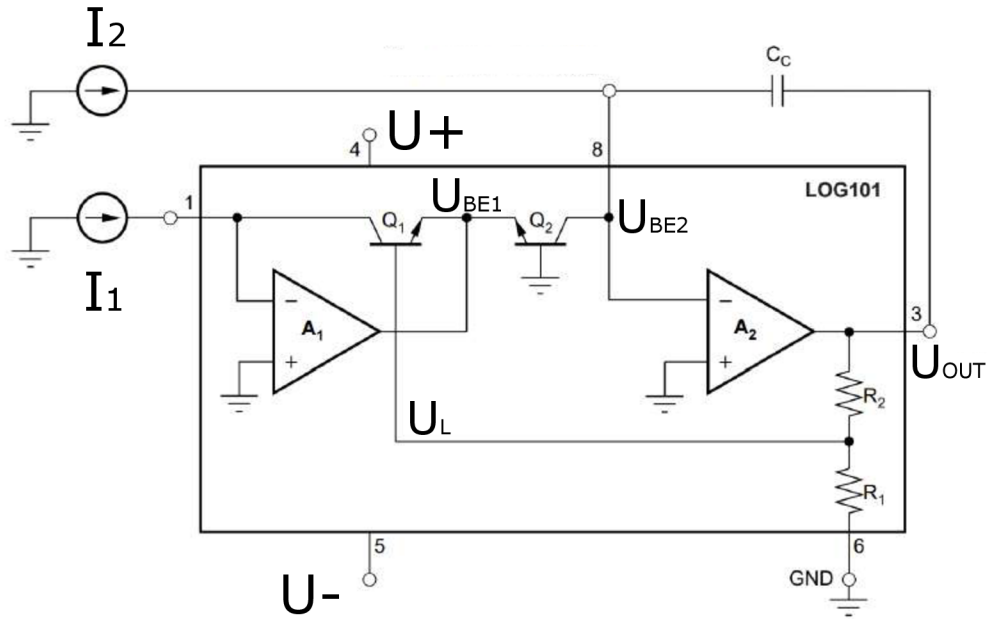
Napětí na výstupu zesilovače A_1 lze zapsat dle vztahu

$$U_{BE1} = U_T \ln \frac{I_1}{I_S}, \quad (4.1)$$

kde I_S značí saturační proud zesilovače. Dále U_T značí tepelné napětí dle vztahu

$$U_T = \frac{kT}{q}; \quad (4.2)$$

4.1. ZAPOJENÍ ZESILOVAČE



Obrázek 4.2: Vnitřní zapojení zesilovače LOG101AID. Převzato a upraveno z [23].

kde k je Boltzmannova konstanta, T je teplota v Kelvinech a q je náboj elektronu. Napětí U_L mezi oběma tranzistory lze zapsat dle vztahu

$$U_L = U_{BE1} - U_{BE2} = U_T \ln \frac{I_1}{I_S} - U_T \ln \frac{I_2}{I_S}. \quad (4.3)$$

Pokud jsou oba tranzistory stejné, mají stejné napětí U_T a saturační proud I_S a platí tedy

$$U_L = U_T \left[\ln \frac{I_1}{I_S} - \ln \frac{I_2}{I_S} \right] = U_T \ln \frac{I_1}{I_2}. \quad (4.4)$$

Přirozený logaritmus lze dále převést na dekadický dle vztahu

$$U_L = 2,3 \cdot U_T \log_{10} \frac{I_1}{I_2}. \quad (4.5)$$

Dále lze zapsat výstupní napětí U_{OUT} dle vztahu

$$U_{OUT} = \frac{R_1 + R_2}{R_1} U_L = \frac{R_1 + R_2}{R_1} \cdot 2,3 \cdot U_T \cdot \log_{10} \frac{I_1}{I_2}. \quad (4.6)$$

Zvolením odporů R_1 a R_2 lze nastavit konstantu před logaritmem. Výrobce byly hodnoty těchto rezistorů zvoleny aby konstanta byla 1 V. Výstupní napětí je tedy určeno vztahem

$$U_{OUT} = 1 \text{ V} \cdot \log_{10} \frac{I_1}{I_2}, \quad (4.7)$$

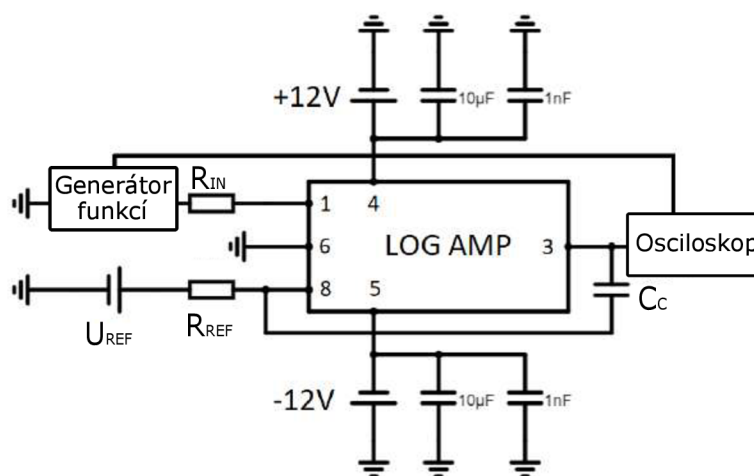
to je převodní charakteristika zesilovače, rovnice, ze které z naměřeného napětí U_{OUT} lze určit vstupní proud I_1 dle vztahu

$$I_1 = I_2 \cdot 10^{U_{OUT}}. \quad (4.8)$$

Zapojení ve formě integračního zesilovače dle obrázku 3.7b funguje podobně jako dolní propust (viz. obrázek 3.9). Připojením kompenzačního kondenzátoru mezi svorky 3 a 8 dle obrázku 4.2 lze regulovat mezní frekvenci této dolní propusti. Volba velikosti kondenzátoru je popsána v dokumentaci zesilovače[23]. Záleží na maximální hodnotě referenčního proudu I_2 a minimální hodnotě vstupního proudu I_1 . Typické křivky s ubýtkem napětí jsou zobrazeny v dokumentaci. Jelikož při měření SSRM nebude využíván periodický signál, volba C_C není příliš důležitá.

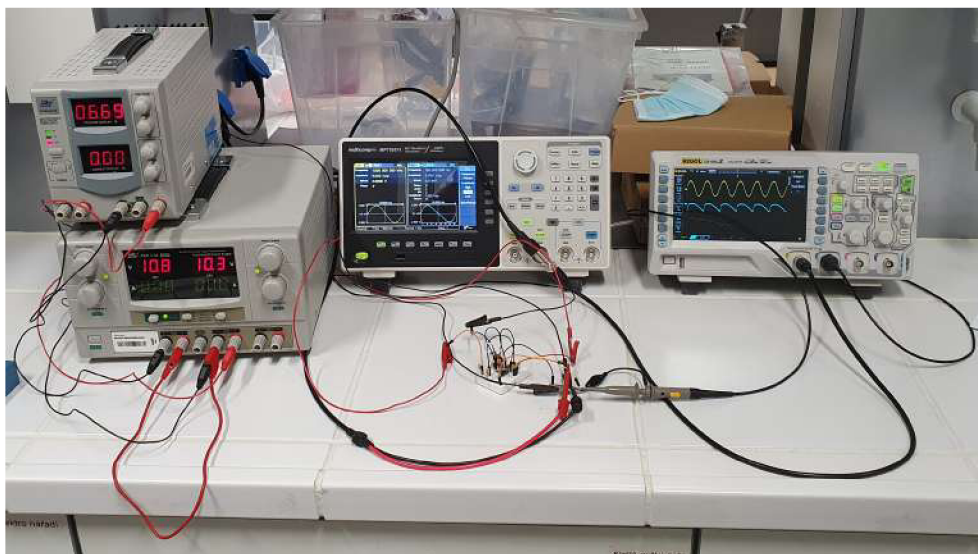
4.2. Testování zesilovače

V technické dokumentaci zesilovače je výrobcem uvedeno jeho základní zapojení[23]. K potlačení induktance v obvodu je doporučeno k napájecímu napětí připojit kondenzátory s kapacitou $10 \mu\text{F}$ a 1000 pF , které jsou uzemněny. Jako zdroje napájecího napětí byly použity laboratorní zdroje napětí. Zdroj byl přepnut do módu sériového zapojení, na jeho výstupech je tedy symetrických $+12 \text{ V}$ a -12 V . Další zdroj zapojený přes rezistor s odporem $10 \text{ M}\Omega$ slouží jako zdroj referenčního proudu. Pro hodnoty na zdroji 1 V až 10 V odpovídá referenční proud $0,1 \mu\text{A}$ až $1 \mu\text{A}$. Pro větší přehled o tom, co se děje se signálem v obvodu byl jako vstupní zdroj použit generátor funkcí. Generátor funkcí je zařízení pro generování napětí s daným periodickým průběhem a určitým tvarem (např. sinusovým, trojúhelníkovým, obdélníkovým, pilovitým atd.) s nastavitelnou frekvencí a amplitudou. K měření výstupního napětí byl použit osciloskop. Osciloskop je přístroj, který určí hodnotu napětí a dokáže vykreslit jeho časový průběh (např. jednu periodu signálu z generátoru funkcí). Schéma tohoto zapojení je zobrazeno na obrázku 4.3. Na obrázku 4.4 je ilustrační fotografie zapojení. Výstupní signál z generátoru je přes rozdějku zapojen do osciloskopu a zároveň přes odpor $1 \text{ M}\Omega$ na svorku 1 zesilovače, tedy jako vstupní proud. Výstupní signál ze svorky 3 je zapojen do osciloskopu. V osciloskopu je možné pozorovat vstupní i výstupní signál a jejich závislost. Hodnota kompenzačního kondenzátoru byla $C_C = 1000 \text{ pF}$.



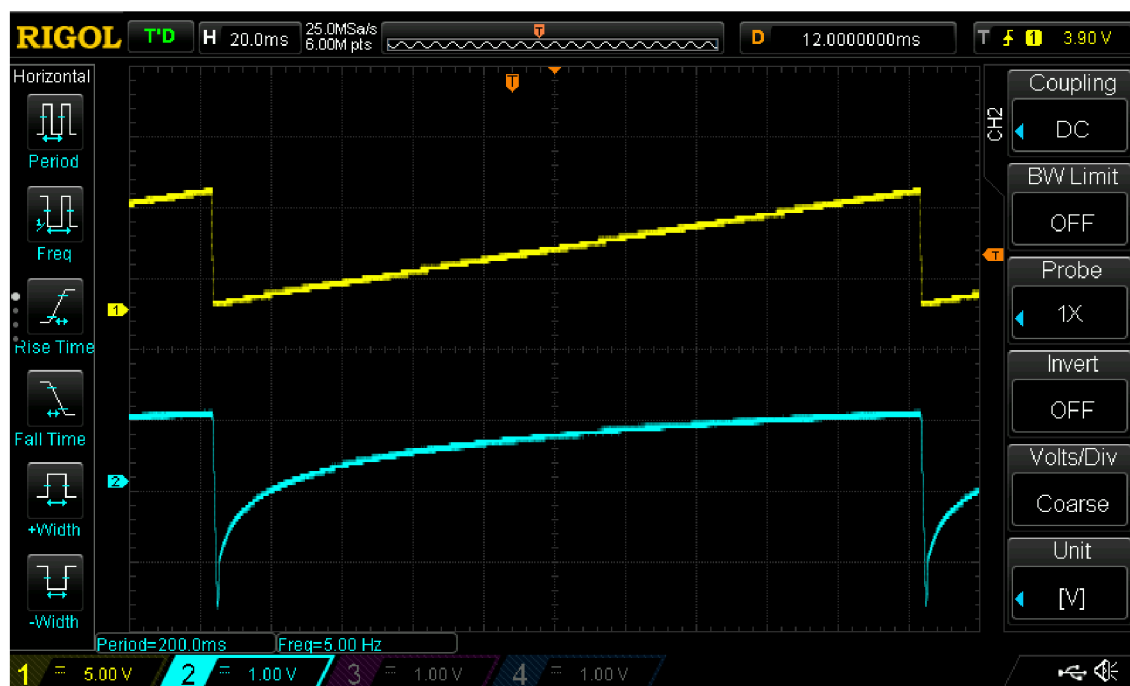
Obrázek 4.3: Schéma zapojení zesilovače s generátorem funkcí a osciloskopem.

4.2. TESTOVÁNÍ ZESILOVAČE



Obrázek 4.4: Ilustrační fotografie z prvního testování. V levém dolním rohu laboratorní zdroj s výstupem +12 V a -12 V. Nad ním je zdroj referenčního napětí. Uprostřed je generátor funkcí a v pravo od něj je osciloskop.

Jako vstupní signál z generátoru funkcí byl nastaven pilovitý signál, což je signál s periodickým opakováním oblasti s lineární závislostí. Na obrázku 4.5 je zobrazen snímek obrazovky osciloskopu pro frekvenci vstupního signálu 5 Hz. Žlutá křivka značí vstupní pilovitý signál z generátoru funkcí, světle modrá barva značí výstupní signál zesilovače.



Obrázek 4.5: Snímek obrazovky osciloskopu pro frekvenci 5 Hz. Logaritmická závislost výstupního signálu (světle modrá křivka) na lineárním vstupním signálu (žlutá křivka).

Lze pozorovat očekávanou logaritmickou závislost výstupního signálu na tom vstupním. Během tohoto testování nejde o měření přesných hodnot, nýbrž o očekávanou závislost. Na obrázku 4.6a resp. 4.6b jsou zobrazeny závislosti signálu pro frekvenci 50 Hz resp. 500 Hz. Lze pozorovat frekvenční odezvu zesilovače, kdy se stoupající frekvencí klesá amplituda výstupního signálu a dojde ke "zploštění" výstupního signálu (světle modrá křivka). Frekvenční odezva je popsána na konci odstavce 4.1 a pokles zesílení na obrázku 3.9.

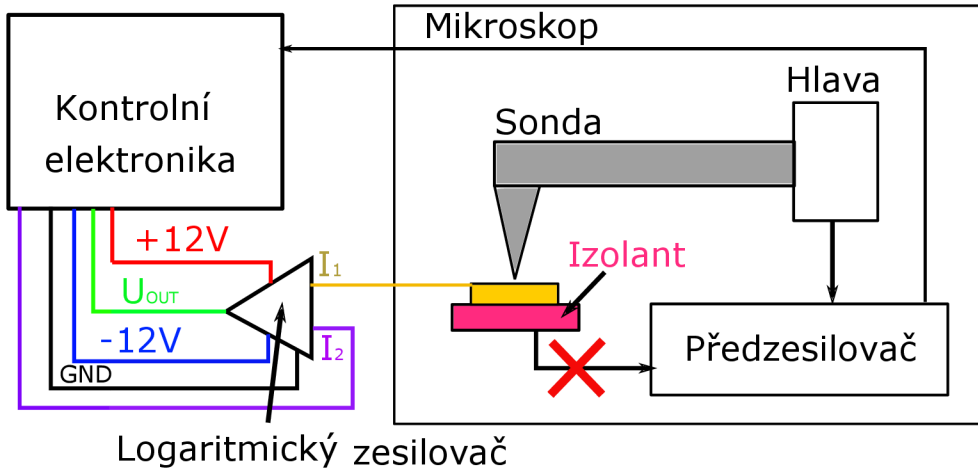


Obrázek 4.6: Snímek obrazovky osciloskopu. Zobrazení úbytku napětí na výstupním signálu (zploštění světle modré logaritmické křivky) v závislosti na frekvenci vstupního signálu pro a) 50 Hz, b) 500 Hz.

4.3. Zapojení na mikroskopu

Během měření techniky SSRM se pro zesílení proudu používá obvodu s logaritmickým zesilovačem. Na mikroskopu LiteScope je zabudovaný lineární zesilovač s rozsahem proudu 1 nA až 50 nA. To pro techniku SSRM není dostatečný rozsah. Cílem je tedy implementovat logaritmický zesilovač k LiteScopu tak, aby bylo možné měřit proud prošlý vzorkem v uvedeném rozsahu 0,1 nA až 3,5 mA. Jelikož pro měření proudu nebude využíván předzesilovač, je potřeba jej obejít. Schéma zapojení zesilovače k mikroskopu je na obrázku 4.7. Z toho důvodu je vzorek během měření umístěn na elektricky nevodivý držák. Zároveň je potřeba vzorek elektricky nakontaktovat pro vyvedení signálu do logaritmického zesilovače. Výstupní signál ze zesilovače je připojen k zadní straně kontrolní elektroniky mikroskopu aby mohl být zobrazen v řídicím softwaru. Využitím konektorů na zadní straně je zároveň připojeno napájecí napětí, referenční proud a uzemnění obvodu, to umožňuje jejich ovládnutí s pomocí softwaru.

4.4. ROZSAH VSTUPNÍCH PROUDŮ



Obrázek 4.7: Schéma zapojení zesilovače na mikroskopu LiteScope.

4.4. Rozsah vstupních proudů

Cílem v této kapitole bylo otestovat přesnost zesilovače pro vybrané hodnoty vstupního proudu na celém jeho rozsahu. Byl použit elektronický obvod, který simuluje vzorek s různými odpory. Pro dosažení takto nízkých proudů bylo zapotřebí rezistorů s velmi vysokým odporem. Odpory s velikostí řádově $G\Omega$ se vyrábějí s nejistotou až 25% [25]. Pro otestování přesnosti zesilovače je to velmi vysoká hodnota a bylo by těžké posoudit zda jde o chybu zesilovače, rušení v zapojení nebo nepřesnost odporu. Vysoké odpory řádů $G\Omega$ jsou tedy nevhodné pro testování. Z tohoto důvodu byl využit napěťový dělič. Napěťový dělič je elektronický obvod, který umožňuje dosáhnout výstupního napětí úměrné hodnotám odporu v obvodu. Je tak možné řádově snížit vstupní napětí. Toto zapojení přitom využívá rezistory s řádově menším odporem, které jsou k dostání s menší nejistotou. Schéma napěťového děliče je zobrazeno na obrázku 4.8. Odvození pro napětí U_1 a U_2 vychází z Ohmova zákona, že oběma rezistory prochází stejný proud. Lze tedy vyjádřit poměr napětí a rezistorů jako

$$\frac{U_1}{U_2} = \frac{R_1}{R_2}. \quad (4.9)$$

Napětí na zdroji U lze zapsat jako součet napětí na jednotlivých rezistorech dle Kirchhoffova zákona. Lze tedy vyjádřit napětí U_1 jako

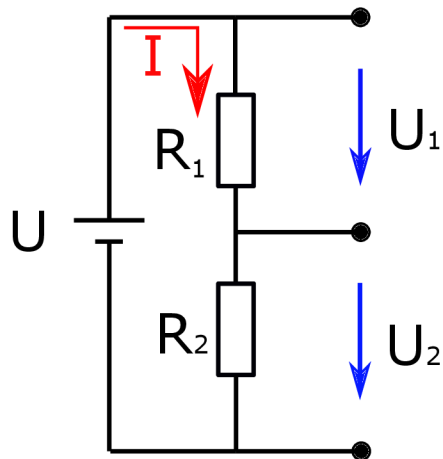
$$U_1 = U_2 \cdot \frac{R_1}{R_2} = (U - U_2) \cdot \frac{R_1}{R_2}. \quad (4.10)$$

Z této rovnice jde vyjádřit U_1 v závislosti na odporech a přiloženém napětí U jako

$$U_1 = U \cdot \frac{R_1}{R_1 + R_2}. \quad (4.11)$$

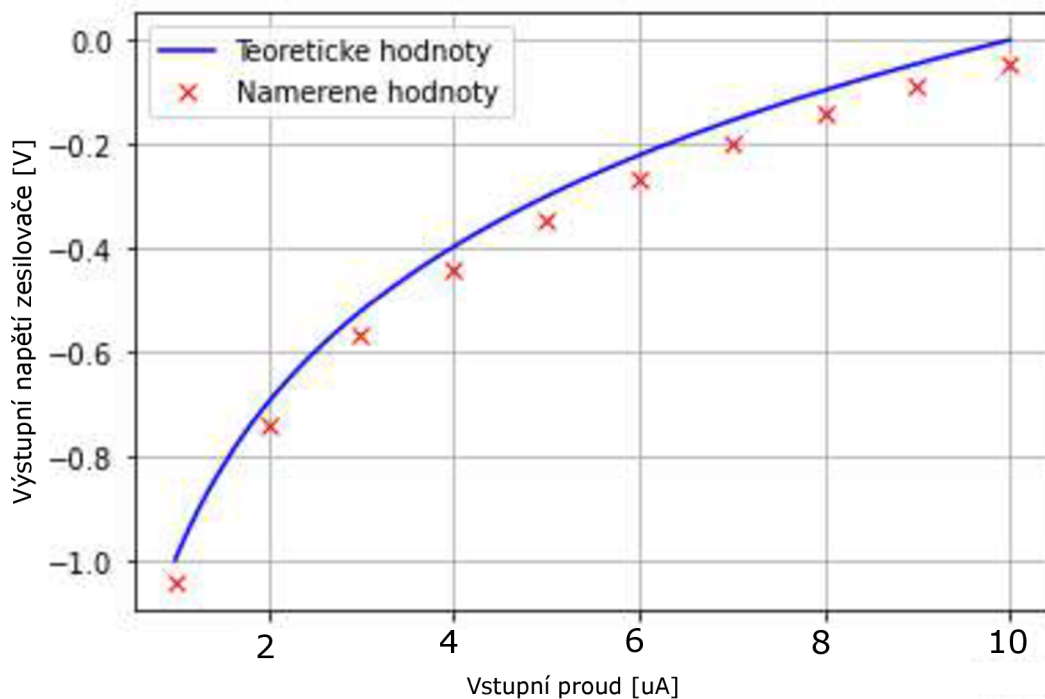
Analogicky jde vyjádřit napětí U_2 jako

$$U_2 = U \cdot \frac{R_2}{R_1 + R_2}. \quad (4.12)$$



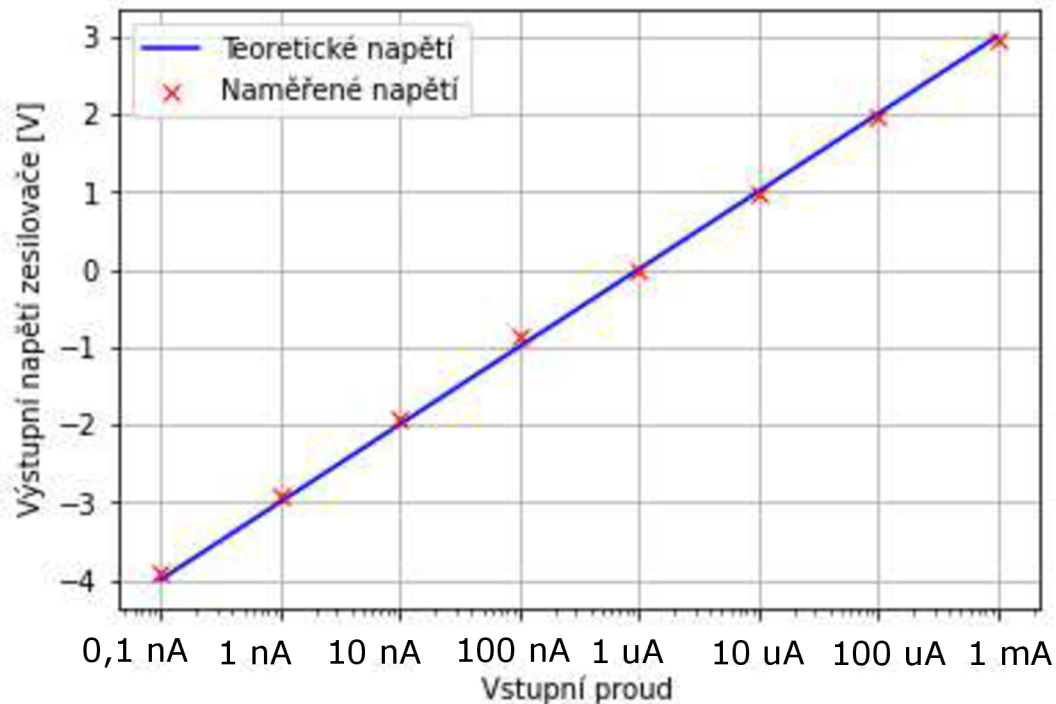
Obrázek 4.8: Schéma zapojení napětového děliče.

Referenční proud je nastaven pomocí napětí U_{REF} , které je připojeno přes rezistor s odporem $1\text{ M}\Omega$. Pro hodnoty napětí 1 V až 10 V odpovídá referenční proud $1\text{ }\mu\text{A}$ až $10\text{ }\mu\text{A}$. Během testování je hodnota nastavena pevně na $10\text{ }\mu\text{A}$. Hodnoty vstupního proudu byly v rozmezí $1\text{ }\mu\text{A}$ až $10\text{ }\mu\text{A}$. Výsledná závislost je zobrazena na obrázku 4.9.

Obrázek 4.9: Přenosová charakteristika zesilovače pro referenční proud $I_2 = 10\text{ }\mu\text{A}$.

4.4. ROZSAH VSTUPNÍCH PROUDŮ

Dále pomocí děliče napětí a kombinace různých rezistorů byla otestována teoretická závislost 4.7 pro vybrané hodnoty z celého vstupního rozsahu. Pro každou hodnotu vstupního proudu I_1 byly zvoleny vhodné odpory na děliči 4.8 pro dosažení požadovaného proudu. Na obrázku 4.10 jsou porovnány naměřené hodnoty s teoretickými. Osa x na které je vstupní proud I_1 je logaritmická. Referenční proud byl nastaven na $I_2 = 1 \mu A$.



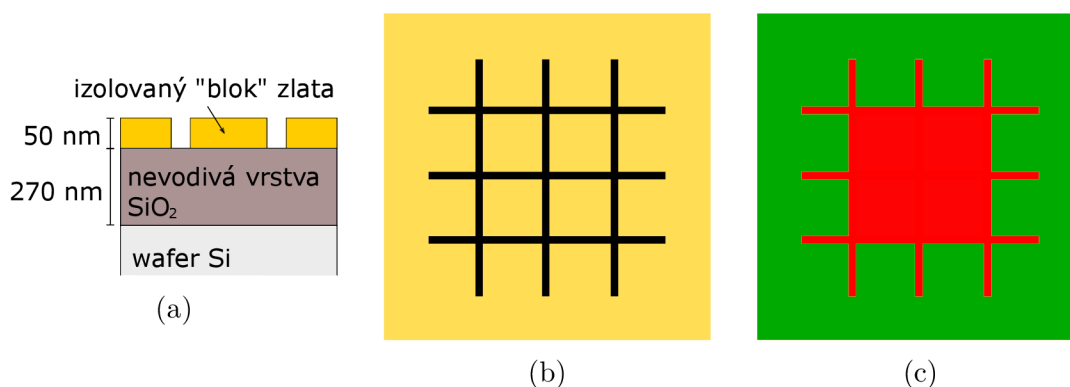
Obrázek 4.10: Přenosová charakteristika zesilovače pro vybrané hodnoty vstupního proudu na celém jeho rozsahu s referenčním proudem $I_2 = 1 \mu A$.

5. Testování vzorků

K otestování techniky SSRM byl použit SPM mikroskop LiteScope (viz. kap. 3.1), komerčně dostupné samosnímací sondy (viz. kap. 3.2) a sondy s platinovým drátkem (viz. kap. 3.5). Jako vzorek k základnímu otestování byly zvoleny dvě různé kalibrační mřížky a různě dopované vrstvy křemíku.

5.1. Kalibrační mřížka

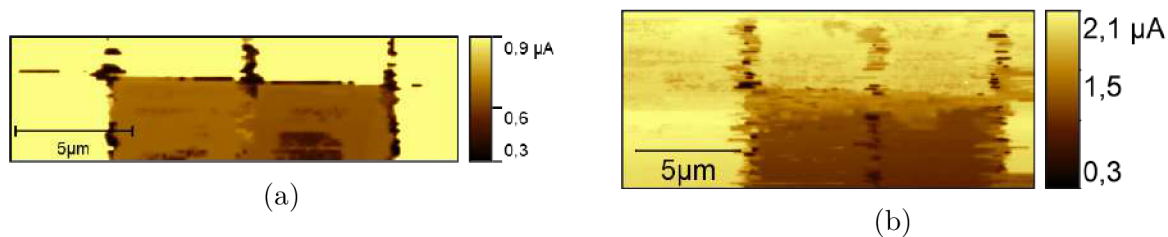
Kalibrační mřížka je vzorek, na kterém lze pozorovat změny topografie a zároveň změny lokální vodivosti. Mřížka se sestává z mnoha základních prvků. Základní vrstvu tvoří křemíkový wafer, na který je nanášena nevodivá vrstva oxidu křemičitého o výšce 270 nm. Vrchní vrstva je tvořena zlatem o výšce 50 nm. Nanesení zlata bylo provedeno pomocí přístroje pro depozici s pomocí iontového svazku (IBAD z ang. *Ion Beam Assisted Deposition*) [26]. Základní prvek mřížky je na obrázku 5.1b. Samotné vyřezání do zlaté vrstvy bylo provedeno pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB z ang. *Focused Ion Beam*) [27]. Průřez mřížky je zobrazen na obrázku 5.1a. Vznikl prvek, jehož vnitřní kvadranty nejsou vodivě spojeny s vnějškem a ze spodní strany je izolován vrstvou oxidu křemičitého. Vnějšek mřížky byl připojen vodivým kontaktem na vstup zesilovače. Očekávaná mapa vodivosti je zobrazena na obrázku 5.1c. Pro lepší nalezení polohy mřížky na vzorku bylo vyřezáno pole 50x50 mřížek. Výroba mřížky byla provedena ve spolupráci s Markem Patočkou.



Obrázek 5.1: Popis kalibrační mřížky. a) Průřez mřížky, b) základní prvek vzorku, c) předpokládaná lokální vodivost.

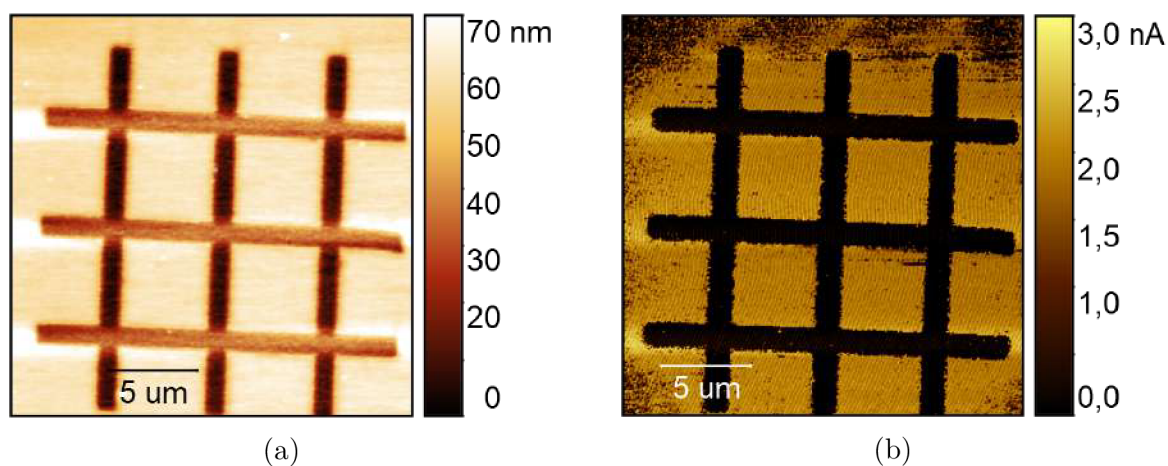
Pro efektivnější výrobu mřížek byly testovány dvě verze mřížky. Nejdříve byla měřena mřížka, kde je vynechána nevodivá vrstva oxidu křemičitého. Předpoklad byl takový, že čistý křemíkový wafer je dostatečně nevodivý aby dokázal izolovat vnitřní kvadranty mřížky. K prvnímu měření byly použity sondy z platinového drátu. Užitím krokových makromotorů s krokem 1 μm bylo přijeto ke vzorku dokud nebyl detekován elektrický kontakt. Měření je znázorněno na obrázku 5.2. Během měření se však otupil hrot drátu a došlo ke ztrátě přesnosti, proto měření nebylo dokončeno. Ukázalo se, že oproti očekávání vnitřní kvadranty jsou vodivě spojeny. Zároveň je vidět, že proud z vnitřních kvadrantů je ovlivněn rezistivitou křemíku a je nižší.

5.1. KALIBRAČNÍ MŘÍŽKA



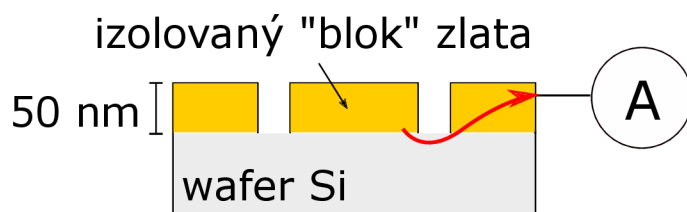
Obrázek 5.2: Vodivostní měření mřížky bez izolující vrstvy pomocí sondy s platinovým drátem. Odpor elektrického kontaktu byl $R = 10 \text{ M}\Omega$. Napětí na hrotu a) $U = 1 \text{ V}$, b) $U = 2 \text{ V}$.

Dále bylo provedeno měření mřížky pomocí metody CAFM s využitím samosnímacích sond. Měření je zobrazeno na obrázku 5.3b.



Obrázek 5.3: Měření kalibrační mřížky bez izolující vrstvy pomocí samosnímací sondy přes lineární zesilovač s malým vstupním rozsahem. a) Topografie, b) lokální vodivost mřížky.

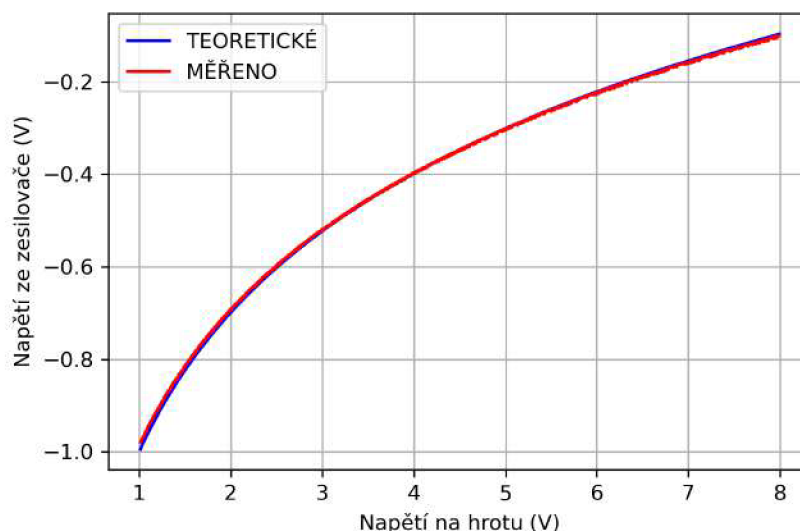
Je vidět, že díky saturaci lineárního zesilovače metoda CAFM nedokáže rozpoznat ovlivnění proudu průtokem přes spodní vrstvu křemíku a vnitřní kvadranty se jeví jako stejně vodivé. Průtok proudu spodem přes křemíkový wafer je naznačen červenou křivkou na obrázku 5.4.



Obrázek 5.4: Průřez vadné mřížky. Červená křivka značí proud tekoucí vnitřním kvadrantem přes křemíkový wafer.

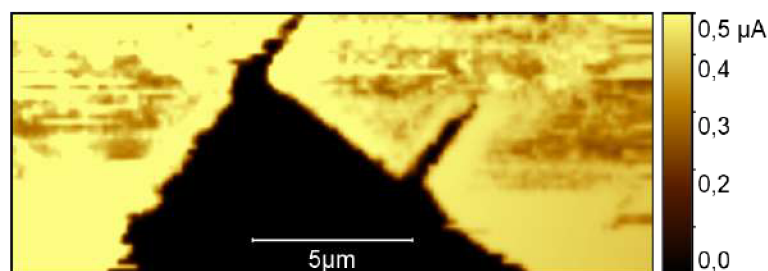
Měření potvrzuje, užitím logaritmického zesilovače lze měřit oblasti s různou vodivostí. Bohužel, před provedením měření pomocí samosnímací sondy byla tato mřížka zničena.

Pro další měření byla použita standartní mřížka s nevodivou vrstvou. Mřížka byla spojena vodivým kontaktem přes odpor $10\text{ M}\Omega$ na vstup zesilovače. První měření bylo opět provedeno sondou s platinovým drátem a je zobrazeno na obrázku 3.5. Po přijetí hrotu ke vzorku byla pozorována napěťová charakteristika. Její závislost je zobrazena na obrázku 5.5. Lze vidět, že naměřené hodnoty se velmi přesně shodují s hodnoty očekávanými dle vztahu 4.7.



Obrázek 5.5: Závislost výstupního napětí zesilovače na napětí na hrotu pro funkční kalibrační mřížku s odporem $10\text{ M}\Omega$. Referenční proud je $I_2 = 1\text{ A}$.

Dále bylo provedeno měření lokální vodivosti mřížky. Na obrázku 5.6 je znázorněna mapa lokální vodivosti. Lze vidět, že dle očekávání jsou vnitřní kvadranty mřížky zcela nevodivé. V horní části lze pozorovat určitou nečistotu na vrchní vrstvě zlata. Postupně došlo k otupení hrotu a nečistota už není vidět. Měření není dokončené, jelikož hrot byl otupen natolik, že mřížku nebylo možné rozpoznat a došlo ke ztrátě přesnosti.



Obrázek 5.6: Lokální vodivost nové mřížky pomocí sondy s platinovým drátem.

Další měření kalibrační mřížky bylo provedeno pomocí samosnímací sondy (viz. kap. 3.2). Měření je znázorněno na obrázcích 5.7 a 5.8. Lze vidět, že vnitřní kvadranty mřížky jsou dle očekávání zobrazené jako nevodivé. Zároveň intenzitní profil měření odpovídá

5.2. DOPOVANÉ VRSTVY KŘEMÍKU

přiloženému napětí na hrot sondy. Při měření v kontaktním režimu dochází k ošoupaní vodivé vrstvy a tím ke ztrátě elektrického kontaktu. Současně lze pozorovat výrazné zlepšení kvality topografie.



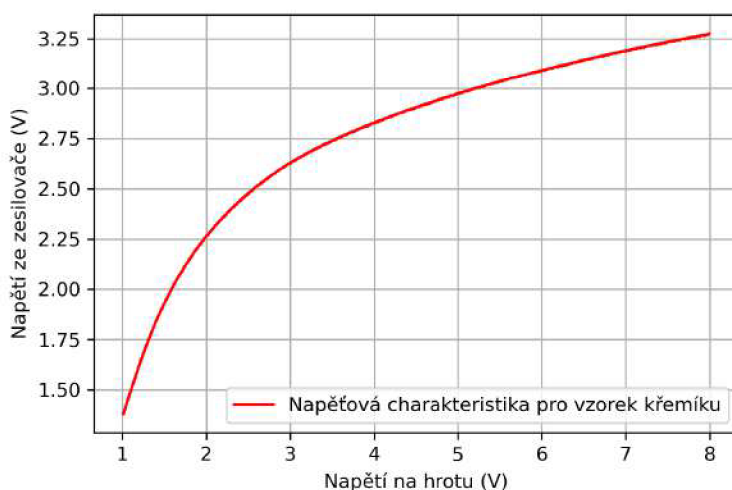
Obrázek 5.7: Topografie mřížky s nevodivou vrstvou měřená pomocí samosnímací sondy.



Obrázek 5.8: Lokální vodivost mřížky s nevodivou vrstvou měřená pomocí samosnímací sondy.

5.2. Dopované vrstvy křemíku

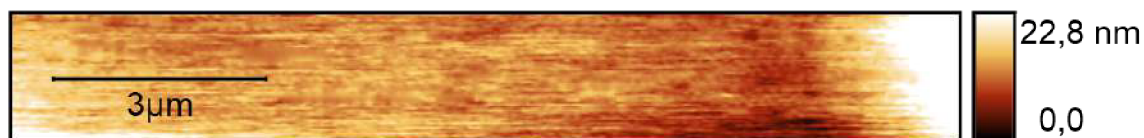
K dalšímu měření byl použit vzorek, který se skládá z různě vodivých vrstev křemíku. Různě vodivé vrstvy byly vytvořeny pomocí dopování. Dopování je vnesení nepatrné vrstvy příměsi do materiálu za účelem změny jeho vlastností. Dopováním krystalického křemíku lze dosáhnout zvýšení koncentrace dopantů. Tyto dopanty dále přispívají k vodivosti a lze tak zvýšit vodivost materiálu. Přípravu vzorku provedl Ing. Petr Bábor, Ph.D.. Vzorek byl nejdříve zlomen a rastrování sondou probíhalo v rovině lomu. K měření byly použity samosnímací sondy. Po přijetí vzorku byla proměřena napěťová charakteristika pro kontrolu elektrického kontaktu, která je zobrazena na obrázku 5.9.



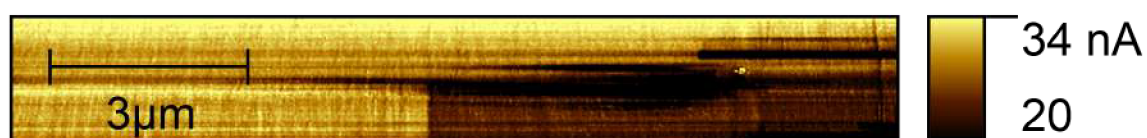
Obrázek 5.9: Napěťová charakteristika pro kontrolu elektrického kontaktu.

5. TESTOVÁNÍ VZORKŮ

Jelikož vrstvy se nacházely u povrchu vzorku, během měření v lomu bylo potřeba přijet na hranu vzorku. Na obrázku 5.10 je zobrazena topografie vzorku a na obrázku 5.11 je zobrazena mapa lokální vodivosti. Ve středu obrázku je možné pozorovat změnu lokální vodivosti. Z topografie lze vidět, že v místě přechodu není žádná změna topografie. To znamená, že hranová vodivost nemůže ovlivnit celkovou vodivost. Změna vodivosti tedy musí být způsobena změnou vodivosti materiálu.



Obrázek 5.10: Topografie.



Obrázek 5.11: Přejchod lokální vodivosti pro vzorek křemíku.

Závěr

V první kapitole je představena mikroskopie atomárních sil. Jsou popsány základní principy měření této techniky a stěžejně představeny pracovní režimy této techniky.

Ve druhé kapitole jsou popsány rozšířené techniky měření elektrických vlastností a jejich princip. Je zmíněna výhodná kombinace současného měření těchto technik společně s mikroskopii atomárních sil. Postupně jsou představeny Kelvinova silová mikroskopie, rastrující kapacitní mikroskopie, mikroskopie elektrostatické síly, vodivostní mikroskopie atomárních sil a rastrující odporová mikroskopie. Je zmíněna podobnost technik vodivostní mikroskopie atomárních sil a rastrovací odporové mikroskopie.

Ve třetí kapitole je zmíněn rozdíl v měření proudu u vodivostní mikroskopie atomárních sil a rastrující odporové mikroskopie. Z toho důvodu jsou důkladně popsány operační zesilovače a jejich různá zapojení. Dále jsou popsány použité přístroje, konkrétně SPM mikroskop LiteScope a samosnímací sondy, které mikroskop užívá. Z důvodu jejich častého opotřebení je popsána výroba sond z platinového drátu, které umožňují spolehlivé měření elektrických vlastností, ale bez topografie.

Čtvrtá kapitola se zabývá výběrem a způsobem zapojení logaritmického zesilovače na mikroskop LiteScope. Je popsán princip a technické parametry logaritmického zesilovače a zdůrazněn jeho velký vstupní rozsah. K otestování jeho funkce bylo použito zapojení, ve kterém byl použit generátor funkcí a osciloskop. Pro zvolené hodnoty byla otestována i jeho přesnost. Následně je popsán způsob zapojení zesilovače k mikroskopu.

Patá kapitola se zabývá testováním zapojení na mikroskopu. Jsou popsány vhodné vzorky k měření. K testování byly použity dvě různé mřížky. První testované mřížce chyběla nevodivá vrstva oxidu křemičitého. Z důvodu toku proudu spodem přes křemíkový wafer lze pozorovat rozdíl ve vodivosti. U mřížky s izolační vrstvou proběhla měření dle očekávání a vnitřními kvadranty netekl žádný proud. Výsledná napěťová spektroskopie se velmi přesně shoduje s očekáváním. Lze vidět, že technika rastrovací odporové mikroskopie dokáže narozdíl od vodivostní mikroskopie atomárních sil lépe rozpoznat různě vodivé oblasti. Dále je znázorněno měření různě dopovaných vrstev křemíku. Podařilo se naměřit úzký přechod, kde se oblasti jeví jako různě vodivé.

Literatura

- [1] MEYER, Ernst, Hans Josef HUG a Roland BENNEWITZ. Scanning probe microscopy: the lab on a tip. Berlin: Springer, c2004. Advanced texts in physics. ISBN 35-404-3180-2
- [2] VŮJTEK, Milan, Roman KUBÍNEK a Miroslav MAŠLÁŇ. Nanoskopie. V Olomouci: Univerzita Palackého, 2012. ISBN 978-80-244-3102-4
- [3] MIRONOV, Victor: Fundamentals of Scanning Probe Microscopy. Nizhniy Novgorod: The Russian Academy of Sciences, Institute for Physics of Microstructures, 2004. Dostupné z: http://ipmras.ru/UserFiles/publications/mironov/Fundamentals_SPM.pdf
- [4] SCL sensortech probes. Informace o produktu PRSA probe. Dostupné z: <https://www.sclsensortech.com/portfolio-item/prsa-300x100%C2%B5m-si-tip-probes/>
- [5] Bruker application modules. Informace o modulech AFM. Dostupné z: <http://nanophys.kth.se/nanophys/facilities/nfl/afm/icon/bruker-help/Content/AppModules/Applications%20Modules.htm>
- [6] LANZA, Mario. Conductive Atomic Force Microscopy: Applications in Nanomaterials. Sochow Univerzity. 2017 ISBN 978-3-527-34091-0.
- [7] ISHIDA, Takao, Wataru MIZUTANI a Yoichiro AYA. Electrical Conduction of Conjugated Molecular SAMs Studied by Conductive Atomic Force Microscopy. The Journal of Physical Chemistry B [online]. 2002, 106(23), 5886-5892 [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/jp0018450>.
- [8] MATEY, J. R. a J. BLANC. Scanning capacitance microscopy. Journal of Applied Physics [online]. 1985, 57(5), 1437-1444 [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1063/1.334506>
- [9] WILLIAMS, C. C. TWO-DIMENSIONAL DOPANT PROFILING BY SCANNING CAPACITANCE MICROSCOPY. Annual Review of Materials Science [online]. 1999, 29(1), 471-504 [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.29.1.471>.
- [10] C. C. Williams, W. P. Hough, and S. A. Rishton. Scanning capacitance microscopy on a 25 nm scale [online]. 1989 [cit. 2022-05-06], 55, 203-205 URL: <https://aip.scitation.org/doi/pdf/10.1063/1.102096>
- [11] WILLIAMS, C. C., W. P. HOUGH a S. A. RISHTON. Scanning capacitance microscopy on a 25 nm scale. Applied Physics Letters [online]. 1989, 55(2), 203-205 [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1063/1.102096>
- [12] MELITZ, Wilhelm, Jian SHEN a Andrew C. KUMMEL. Kelvin probe force microscopy and its application. Surface Science Reports [online]. 2011, 66(1), 1-27 [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.surfrep.2010.10.001>

LITERATURA

- [13] GIRARD, Paul. Electrostatic force microscopy: principles and some applications to semiconductors. *Nanotechnology* [online]. 2001, 12(4), 485-490 [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1088/0957-4484/12/4/321>
- [14] COLCHERO, J., A. GIL a A. M. BARÓ. Resolution enhancement and improved data interpretation in electrostatic force microscopy. *Physical Review B* [online]. 2001, 64(24) [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.64.245403>
- [15] EYBEN, P., M. XU, N. DUHAYON, T. CLARYSSE, S. CALLEWAERT a W. VANDERVORST. Scanning spreading resistance microscopy and spectroscopy for routine and quantitative two-dimensional carrier profiling. *Journal of Vacuum Science Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* [online]. 2002, 20(1) [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1116/1.1424280>
- [16] DE WOLF, P. Cross-sectional nano-spreading resistance profiling. *Journal of Vacuum Science Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* [online]. 16(1) [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1116/1.589810>
- [17] ZHANG, L., K. OHUCHI, K. ADACHI, K. ISHIMARU, M. TAKAYANAGI a A. NISHIYAMA. High-resolution characterization of ultrashallow junctions by measuring in vacuum with scanning spreading resistance microscopy. *Applied Physics Letters* [online]. 2007, 90(19) [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1063/1.2736206>
- [18] DE WOLF, P. Cross-sectional nano-spreading resistance profiling. *Journal of Vacuum Science Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* [online]. 1997 16(1) [cit. 2022-05-19]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1116/1.589810>
- [19] DOSTÁL, Jiří. *Operational Amplifiers, Second Edition (EDN Series for Design Engineers)*. Hardcover, 387 Pages, Published 1993. ISBN 0-7506-9317-7.
- [20] VOBECKÝ, Jiří a Vít ZÁHLAVA. *Elektronika. Třetí, rozšířené vydání*. Praha, 2005. ISBN 978-80-271-4631-4.
- [21] Nenovision s.r.o. [online]. [cit. 2022-05-14]. Dostupné z: <https://www.nenovision.com/litescopetm/main-benefits/>
- [22] HEGROVÁ, V. *Aplikace korelativní AFM/SEM mikroskopie*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2019. 64 s. Dostupné z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/117632>
- [23] LOG101 [online]. [cit. 2022-05-14]. URL: https://www.ti.com/lit/ds/symlink/log101.pdf?HQS=dis-mous-null-mousermode-dsf-pf-null-ww&ts=1639138995887&ref_url=https%253A%252F%252Fcz.mouser.com%252F
- [24] LCQT-SOIC8-8 [online]. [cit. 2022-05-14]. URL: <https://cz.farnell.com/aries/lcqt-soic8-8/ic-adaptor-8-soic-to-dip-2-54mm/dp/2476033?st=soic%20%20to%20dil8>

- [25] SMD čipový rezistor. [online]. [cit. 2022-05-14]. URL: <https://cz.farnell.com/tt-electronics-welwyn/hr0805f-22g5i/res-22g-25-high-value/dp/2340579?st=odpory>
- [26] Ion-Beam Sputter Deposition System BESTEC (KAUFMAN) [online]. [cit. 2022-05-14]. Dostupné z: <https://nano.ceitec.cz/ion-beam-sputter-deposition-system-bestec-kaufman/>
- [27] Focused Ion Beam/Scanning Electron Microscope TESCAN LYRA3 (LYRA) [online]. [cit. 2022-05-14]. Dostupné z: <https://nano.ceitec.cz/focused-ion-beam-scanning-electron-microscope-tescan-lyra3-lyra/>

Seznam použitých zkratek a symbolů

AFM	mikroskopie atomárních sil z angl. <i>Atomic Force Microscopy</i>
CAFM	vodivostní mikroskopie atomárních sil z angl. <i>Conductive Atomic Force Microscopy</i>
CPD	rozdíl kontaktního potenciálu z angl. <i>contact potencial difference</i>
EFM	mikroskopie elektrostatické síly z angl. <i>Electrostatic Force Microscopy</i>
FIB	fokuzovaný iontový svazek z angl. <i>Focused Ion Beam</i>
IBAD	depozice s asistencí iontového svazku z angl. <i>Ion Beam Assisted Deposition</i>
KPFM	Kelvinova silová mikroskopie z angl. <i>Kelvin Probe Force Microscopy</i>
SCM	rastrovací kapacitní mikroskopie z angl. <i>Scanning Capacitance Microscopy</i>
SEM	rastrující elektronová mikroskopie z angl. <i>Scanning Electron Microscopy</i>
SIMS	hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů z angl. <i>Secondary Ion Mass Spectroscopy</i>
SPM	rastrovací mikroskopie sondou z angl. <i>Scanning Probe Microscopy</i>
SRP	profilování šířícího se odporu z angl. <i>Spreading Resistance Profiling</i>
SSRM	rastrovací odporová mikroskopie z angl. <i>Scanning Spreading Resistance Microscopy</i>
STM	rastrovací tunelovací z angl. <i>Scanning Tunneling Microscopy</i>