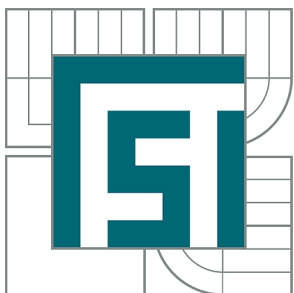


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

STÍNÍCÍ EFEKT OXIDOVÉ IZOLAČNÍ VRSTVY NA POVRCHOVÝ POTENCIÁL MĚŘENÝ POMOCÍ KELVINOVY SONDOVÉ MIKROSKOPIE

SHIELDING EFFECT OF OXIDE ISOLATING LAYER ON SURFACE POTENTIAL MEASURED BY
KELVIN PROBE FORCE MICROSCOPY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. VOJTĚCH ŠVARC

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. MIROSLAV BARTOŠÍK, Ph.D.

BRNO 2015

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav fyzikálního inženýrství

Akademický rok: 2014/2015

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Vojtěch Švarc

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

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

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

Stínící efekt oxidové izolační vrstvy na povrchový potenciál měřený pomocí Kelvinovy sondové mikroskopie

v anglickém jazyce:

Shielding Effect of Oxide Isolating Layer on Surface Potential Measured by Kelvin Probe Force Microscopy

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

V nanoelektronických zařízeních na bázi kovových (Au) vedení [1,3,4] a izolujících oxidových (SiO₂) zařízení [1,2] je rozhodující: (a) schopnost oxidové vrstvy efektivně odstínit elektrostatický potenciál [1,2], jakož i (b) míra odolnosti oxidové vrstvy proti degradaci vlivem kontaminace prosakujících nosičů náboje. Oba tyto vlivy určují efektivní elektronickou šířku vlastních vedení a mohou být zodpovědné za případné hystereze proudovo-napěťových charakteristik. Vhodným nástrojem pro mapování těchto jevů, v jejichž důsledku dochází ke změnám povrchového potenciálu (resp. výstupní práce) na nanoelektronických strukturách na bázi Au/SiO₂ je Kelvinova sondová mikroskopie [1,2,3,4], která je využívána v této diplomové práci.

Cíle diplomové práce:

1. Proved'te rešerši uvedené problematiky.
2. Pomocí elektronové litografie připravte vhodné struktury Au vedení na izolujícím podložním SiO₂.
3. Proved'te depozice krycích oxidových vrstev vhodné tloušťky metodou ALD.
4. Proved'te měření povrchového potenciálu metodou KPFM na takto připravených strukturách při přiloženém elektrickém napětí.
5. Diskutujte efektivitu stínění elektrického potenciálu a odolnosti oxidové vrstvy proti prosakování náboje a poměr těchto dvou příspěvků v závislosti na:
 - a) tloušťce oxidové vrstvy,
 - b) relativní vlhkosti okolního prostředí.

ABSTRAKT

Tato diplomová práce je zaměřená na experimentální studium stínícího efektu oxidové izolační vrstvy na povrchový potenciál měřený Kelvinovým silovým mikroskopem. Pro studium povrchového potenciálu byly vytvořeny struktury na bázi Au/SiO₂ pomocí elektronové litografie a metod depozice monovrstev a multivrstev. Povrchový potenciál byl zkoumaný v závislosti na vlhkosti a tloušťce oxidové vrstvy.

KLÍČOVÁ SLOVA

KPFM, SiO₂, relativní vlhkost.

ABSTRACT

The diploma thesis deals with the experimental study of shielding effect of oxide isolating layer on surface potential measured by Kelvin Probe Force Microscopy. For the study of surface potential were created Au/SiO₂ based nanostructures by Electron Beam Lithography, Atomic Layer Deposition and Multilayer Deposition. Surface potential was measured depending on the relative humidity and thickness of oxide isolating layer.

KEYWORDS

KPFM, SiO₂, relative humidity.

ŠVARC, V. Stínící efekt oxidové izolační vrstvy na povrchový potenciál měřený pomocí Kelvinovy sondové mikroskopie. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 50 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Miroslav Bartošík, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma „Stínící efekt oxidové izolační vrstvy na povrchový potenciál měřený pomocí Kelvinovy sondové mikroskopie“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

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

Brno

.....

(podpis autora)

Poděkování

Děkuji především Ing. Miroslavu Bartošíkovi, Ph.D., za jeho obětavou pomoc při řešení otázek a problémů týkajících se této diplomové práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Zuzaně Bortlové a Bc. Lukáši Kormošovi za pomoc s řešením problémů s elektronovou litografií, Ing. Martinu Konečnému za asistenci při prvních měřeních KPFM, Gabriele Olivíkové a Igoru Turčanovi za depozici zlatých vrstev. V neposlední řadě bych chtěl poděkovat rodině za podporu při studiu.

Analýzy vzorků byly provedeny ve Sdílené laboratoři přípravy a charakterizace nanostruktur CEITEC VUT a hrazeny z projektu **CEITEC - open access LM2011020**.

OBSAH

| | |
|---|-----------|
| Úvod | 1 |
| 1 Kelvinova silová mikroskopie | 3 |
| 1.1 Mikroskopie atomárních sil | 3 |
| 1.1.1 Interakce hrotu s povrchem | 4 |
| 1.1.2 Princip funkce AFM | 5 |
| 1.1.3 Kontaktní mód | 6 |
| 1.1.4 Bezkontaktní mód | 7 |
| 1.1.5 Pokleповý mód | 10 |
| 1.2 Mikroskopie elektrostatických sil | 10 |
| 1.3 Sonda KPFM | 11 |
| 1.4 Funkce KPFM | 11 |
| 1.5 Měřicí aparatura | 13 |
| 1.5.1 Mikroskop atomárních sil | 13 |
| 1.5.2 Aparatura regulace vlhkosti | 14 |
| 2 Další použité techniky | 17 |
| 2.1 Elektronová litografie | 17 |
| 2.2 Depozice atomárních vrstev | 17 |
| 2.3 Depozice multivrstev | 18 |
| 2.4 Plazmové čištění a leptání | 18 |
| 3 Oxidová vrstva | 19 |
| 3.1 Transport náboje | 20 |
| 3.1.1 Šíření povrchového náboje | 22 |
| 3.1.2 Stínění potenciálu | 24 |
| 4 Experimentální část | 29 |
| 4.1 Příprava vzorku | 29 |
| 4.2 Proces měření | 34 |
| 4.3 Modelová data měření | 36 |
| 4.4 Nabíjení povrchu oxidu | 39 |
| 4.4.1 Vrstva 2 nm oxidu křemičitého | 39 |
| 4.4.2 Vrstva 10 nm oxidu křemičitého | 42 |
| Závěr | 43 |
| Literatura | 45 |

ÚVOD

V nanoelektronických zařízeních na bázi kovových (Au) vedení a izolujících oxidových (SiO_2) zařízení je rozhodující schopnost stínění elektrostatického potenciálu prostupujícího od kovových elektrod přes danou oxidovou vrstvu [1]. Příkladem těchto zařízení jsou kov-izolátor-kov (MIM - *Metal-insulator-metal*) struktury, kov-izolátor-polovodič (MIS - *Metal-insulator-semiconductor*) struktury [2] a polem řízené tranzistory (FET - *Field-effect transistor*) [3].

Velikost stínění potenciálu v zásadě závisí na relativní permitivitě charakteristické pro daný stínící materiál, množství adsorbované vody na povrchu [4, 5] a výšce vrstvy oxidu nad elektrodami [1]. Výška oxidů má zásadní vliv na velikost nanoelektronických a mikroelektronických zařízení a efektivní elektrickou šířku vodičů.

Jednou z experimentálních metod sloužících k charakterizaci stínícího efektu oxidové vrstvy a pohybu náboje na jejím povrchu je Kelvinova silová mikroskopie (KPFM - *Kelvin Probe Force Microscopy*) [6]. Tato metoda umožňuje snímat povrchový potenciál oxidů, z čehož lze ukazovat na množství prosakujícího náboje přes oxidovou vrstvu. Metoda KPFM má velice dobré laterální rozlišení a díky tomu je použitelná pro lokální detekci přesunu náboje.

Formálně je práce rozdělena do čtyř částí. První část práce se zabývá pojednáním o mikroskopii atomárních sil a Kelvinově silové mikroskopii. V druhé části je uvedena krátká charakteristika dalších metod pro přípravu nanostruktur na bázi Au/ SiO_2 mezi něž patří elektronová litografie, depozice atomárních vrstev, depozice multivrstev a plazmové čištění. Ve třetí části je pojednáno o vlastnostech oxidové vrstvy, o šíření náboje na povrchu oxidových vrstev a prosakování náboje přes oxidovou vrstvu. Poslední část se zabývá experimentální prací, a to přípravou vzorků pro měření, procesu měření a diagnostikou přesunu a prosakování náboje oxidovou vrstvou.

1 KELVINOVA SILOVÁ MIKROSKOPIE

Kelvinova silová mikroskopie (KPFM - *Kelvin Probe Force Microscopy*) je technika založená na kombinaci mikroskopu atomárních sil (AFM - *Atomic Force Microscopy*) a Kelvinovy sondy. Metoda byla vytvořena za účelem zkoumání kontaktního rozdílu potenciálů mezi vodivým hrotem AFM a povrchem zkoumaného materiálu. Na základě znalosti výstupní práce hrotu je pak možné určit výstupní práci vzorku. Kromě toho je však metoda citlivá i na potenciál vzniklý v blízkosti povrchu nakupením elektrického náboje, což je obzvláště důležité v případě použití této metody na nevodivých vzorcích. Metoda KPFM byla poprvé představena roku 1991 Nonnenmacherem *et al.* [7] a od té doby byla hojně využívána pro charakterizaci elektrických vlastností povrchů kovů a polovodičů a polovodičových zařízení. Je také použitelná pro měření elektrických vlastností organických materiálu a biologických zařízení [6]. Metodou KPFM je možné díky malému poloměru hrotu zkoumat rozdíly potenciálu v rozlišení řádu nanometrů. Pro lepší pochopení metody KPFM je vhodné nejprve uvést několik informací o principu funkce mikroskopu AFM a dalších metod sondové mikroskopie využívajících při měření elektrostatických sil.

1.1 Mikroskopie atomárních sil

První metodou využívající sondu (SPM - *Scanning Probe Microscopy*) byla metoda rastrovací tunelové mikroskopie (STM - *Scanning Tunelling Microscopy*) představena roku 1981 ve Švýcarsku Gerdem Binnigem a Heinrichem Röhrerem [8], kteří za tento objev získali Nobelovu cenu v roce 1986. V průběhu experimentů prováděných pomocí rastrovací tunelové mikroskopie bylo objeveno silové působení mezi hrotem a povrchem, které se stalo základem pro mikroskopii atomárních sil (AFM - *Atomic Force Microscopy*). V roce 1986 byl Gerdem Binnigem, Calvinem F. Quatem a Christophem Gerberem sestaven první mikroskop atomárních sil [9]. Tímto mikroskopem bylo možné měřit za normálních podmínek bez nutnosti nízkých tlaků. Podstatnou výhodou vůči STM byla schopnost měření topografie nevodivých materiálů. Další metody SPM mikroskopie jsou rozděleny podle zkoumané interakce mezi hrotem a povrchem:

- Mikroskopie elektrostatických sil (EFM - *Electrostatic Force Microscopy*),
- Skenovací kapacitní mikroskopie (SCM - *Scanning Capacitance Microscopy*),
- Mikroskopie magnetických sil (MFM - *Magnetic Force Microscopy*),
- Rastrovací mikroskopie blízkého pole (SNOM - *Scanning Near-field Optical Microscopy*).

1.1.1 Interakce hrotu s povrchem

Mikroskop atomárních sil je založen na zkoumání interakcí působících mezi hrotem AFM a povrchem zkoumaného materiálu. Z experimentálního hlediska lze interakce rozdělit na:

- síly vzniklé v důsledku Pauliho vylučovacího principu,
- van der Waalsovy síly,
- kapilární síly,
- elektrostatické síly,
- magnetické síly.

Síly vzniklé v důsledku Pauliho vylučovacího principu jsou odpudivé síly krátkého dosahu, kde při přiblížení atomů hrotu k atomům na povrchu dochází k překryvu jejich elektronových obalů, a v důsledku toho k přesunu elektronů na vyšší elektronovou hladinu. Tento jev způsobuje následné odpuzování atomů hrotu od atomů na povrchu vzorku. Míra interakce způsobené Pauliho vylučovacím principem má průběh potenciálu úměrný $1/R^{12}$. Van der Waalsovy síly jsou přitažlivé síly dalekého dosahu a jejich průběh potenciálu je úměrný $1/R^6$. Současné působení těchto interakcí lze vyjádřit pomocí Lennard-Jonesova potenciálu daného vztahem [10]:

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

kde R je vzdálenost atomu hrotu od atomu na povrchu vzorku a σ je konstanta, pro kterou platí $U(\sigma = R) = 0$, kde při hodnotě $R = 1,12\sigma$ je potenciální energie mezi hrotem a povrchem minimální. Celkovou sílu vyvolanou důsledkem Lennard-Jonesova potenciálu lze zapsat jako [11]

$$F = -\frac{\partial U(R)}{\partial R} = 24\epsilon \left(2\frac{\sigma^{12}}{R^{13}} - \frac{\sigma^6}{R^7} \right). \quad (1.2)$$

Kapilární síly působí mezi hrotem a povrchem při vlhkostech větších než nula. Při dostatečném přiblížení hrotu k povrchu se mezi hrotem a povrchem vytváří vodní meniskus, jehož velikost je dána tzv. Kelvinovým poloměrem R_k daného vztahem [12]:

$$R_k = \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)^{-1} = \frac{\gamma V}{RT \ln(p/p_S)}, \quad (1.3)$$

kde γ je povrchové napětí na rozhraní vody a vzduchu, V je molární objem, R molární plynová konstanta, T teplota a podíl p/p_S představuje relativní vlhkost, přičemž p_S je tlak nasycených par.

Velikost kapilární síly F_c je dána součtem Laplaceovy síly F_L a síly dané povrchovým napětím F_T [12, 13]:

$$F_c = F_L + F_T = \Delta P A + F_T, \quad (1.4)$$

kde Laplaceova síla je definována součinem kontaktní plochy menisku mezi hrotem a povrchem vzorku A a rozdílem tlaků vně a uvnitř menisku ΔP . Tento rozdíl tlaků lze Kelvinovým poloměrem definovat vztahem [12]:

$$\Delta P = P_W - P_0 = \frac{\gamma}{R_k}, \quad (1.5)$$

kde P_W je tlak vně a P_0 je tlak uvnitř menisku [12].

Elektrostatická síla může být způsobena indukovanými náboji na vzorku, které mohou vznikat při jeho výrobě. Dále elektrostatická síla působí mezi vodivým hrotem a vodivým povrchem po přiložení různého potenciálu na hrot a vzorek. Při představě systému hrot - vzorek jako deskového kondenzátoru je jeho kapacita C dána podílem plochy S a vzdálenosti hrotu a vzorku z [14]:

$$C = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{S}{z}, \quad (1.6)$$

kde ε_0 je permitivita vakua a ε_r je relativní permitivita dielektrika mezi elektrodami. energii kondenzátoru lze vyjádřit pomocí vztahu [14]:

$$E = \frac{1}{2} C \Delta V^2, \quad (1.7)$$

kde ΔV je celkový potenciálový rozdíl mezi hrotem a povrchem vzorku. Elektrostatickou sílu mezi hrotem a vzorkem lze vyjádřit jako záporně vzatou parciální derivaci energie kondenzátoru podle vztahu [14]:

$$F_{el} = -\frac{\partial E}{\partial z} = -\frac{1}{2} \Delta V^2 \frac{\partial C}{\partial z} - C \Delta V \frac{\partial \Delta V}{\partial z}. \quad (1.8)$$

Magnetické síly by se projevíly při zkoumání feromagnetických materiálů nebo v přítomnosti lokálních elektrických proudů [11].

1.1.2 Princip funkce AFM

Mikroskop atomárních sil je mikroskop rastrující po řádcích, kde v každém bodě získává informace o silovém působení mezi hrotem mikroskopu a povrchem vzorku

a z těchto dat je postupně získán celkový obraz topografie. Hrot mikroskopu je umístěn na ohebném raménku, na které je přenášeno silové působení mezi hrotem a vzorkem. Na zadní stranu raménka je zaměřen svazek laseru. Tento svazek se od raménka odráží do fotodetektoru a pomocí změny signálu na fotodetektoru je zjištěn ohyb nebo rotace raménka. Detekce vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem je zajištěna pomocí zpětné vazby a piezomanipulátoru. AFM je schopno měřit v různých pracovních vzdálenostech na principu detekce odpudivých sil krátkého dosahu nebo přitažlivých van der Waalsovských sil dalekého dosahu. Podle pracovní vzdálenosti a detekovaných sil lze AFM měření rozdělit do tří základních módů, jimiž jsou kontaktní, bezkontaktní a poklepový mód [14].

1.1.3 Kontaktní mód

V kontaktním módu je hrot přiblížen ke vzorku až na vzdálenost působení odpudivých sil, které jsou v neustálé rovnováze se silou vyvolanou prohnutím raménka. Velikost těchto odpudivých sil je v rozmezí od 10 do 1000 nN [11]. Pro měření v kontaktním módu je vhodné zvolit raménko s malou tuhostí kvůli citlivosti na prohnutí při měření a menší destrukci povrchu vzorku a hrotu. Síla působící na hrot kolmo k povrchu souvisí s vychýlením raménka Δz podle vztahu [14]:

$$F = k\Delta z, \quad (1.9)$$

kde k je tuhost raménka závislá na geometrii a na použitém materiálu v rozmezí od 10^{-3} do 10 N/m [14].

Při kontaktním módu se využívají dva režimy, a to režim konstantní síly a režim konstantní výšky. Při režimu konstantní síly jsou informace z fotodetektoru vysílány do zpětné vazby, která přivede odpovídající napětí na piezomanipulátor, který vlivem tohoto napětí změní svou velikost tak, aby prohnutí raménka bylo stále konstantní. Obrazová data jsou získána z informací o napětí vysílané zpětnou vazbou. Režim konstantní síly je náročnější na provedení díky využití zpětné vazby, ale její výhodou je možnost měření vzorků s větší drsností povrchu. Další výhodou je možnost nastavení přítláčné síly, čímž zvyšujeme životnost hrotu a dochází k menšímu poškození vzorku [14].

V režimu konstantní výšky není využita zpětná vazba a raménko se pohybuje v konstantní výšce nad povrchem. Obrazová data jsou získána přímo z prohnutí raménka v závislosti na topografii vzorku. Výhodou tohoto režimu je absence zpětné vazby, díky čemuž je měření rychlejší. Nevýhodou je nutnost hladkého povrchu vzorku pro měření, díky čemuž je tento režim vhodný při zobrazování atomárně hladkých povrchů, při nichž nehrozí velké deformace hrotu nebo vzorku [14].

1.1.4 Bezkontaktní mód

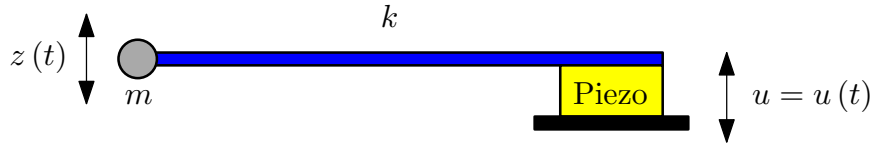
V bezkontaktním módu je hrot přiblížen ke vzorku na vzdálenost působení van der Waalsovy interakce. V tomto módu je hrot držen ve větší vzdálenosti (přibližně 10 – 100 Å). Na hrot v této výšce působí malé síly, řádově v hodnotách 10^{-3} nN [11]. Tyto malé síly by nebylo možné detekovat prohnutím raménka, takže detekce spočívá v měření změny rezonanční frekvence raménka.

Vlastní frekvence, které jsou charakteristické pro každé raménko (v rozmezí 10 – 1000 kHz), je možné získat ze vztahu [11, 14]:

$$\omega_{0,rez,i} = \frac{\lambda_i}{l^2} \sqrt{\frac{EJ}{\rho S}} = \sqrt{\frac{k_z}{m}}, \quad (1.10)$$

kde l je délka raménka, E je Youngův modul pružnosti, J je moment setrvačnosti raménka, ρ je hustota, S je průřez, m je hmotnost a k_z je vlastní tuhost raménka a λ_i je numerický koeficient závislý na oscilačních módech. Hlavní oscilační módy jsou $\lambda_1 = 3,52$, $\lambda_2 = 22,04$ a $\lambda_3 = 61,7$.

Raménko s hrotem si lze představit jako nehmotné raménko o dané tuhosti k , kde na jednom konci raménka je lokalizovaný hmotný bod o hmotnosti m a druhý konec raménka je pevně uchycen na vibračním piezomanipulátoru (Obr. 1.1).



Obr. 1.1: Model raménka AFM mikroskopu. Převzato a upraveno z [14].

Za předpokladu, že ω je frekvence oscilace piezooscilátoru, pak lze harmonický kmitavý pohyb piezomanipulátoru definovat vztahem [14]:

$$u = u_0 \cos(\omega t), \quad (1.11)$$

kde u_0 je maximální výchylka piezomanipulátoru. Pohybová rovnice systému je tedy rovna [14]

$$m\ddot{z} = -k(z - u) - \gamma\dot{z} + F_0, \quad (1.12)$$

kde výraz $\gamma\dot{z}$, úměrný první derivaci výchylky odpovídá odporovým silám prostředí (plyn, kapalina) a síla F_0 představuje tíhovou sílu a další síly nezávislé na poloze

hrotu od povrchu vzorku. Tato síla F_0 nemá vliv na frekvenci, fázi ani na amplitudu, pouze posouvá rovnovážnou polohu o hodnotu z_1 , kde při substituci $z = z_1 + F_0/k$ je výsledná pohybová rovnice systému rovna [14]:

$$m\ddot{z}_1 + \gamma\dot{z}_1 + kz_1 = ku_0 \cos \omega t. \quad (1.13)$$

Při přiblížení hrotu ke vzorku dochází k dalšímu působení sil na raménko, jedním ze zástupců sil je síla van der Waalsova $F_{PS}(z)$, kterou lze při malých oscilacích kolem polohy z_0 vyjádřit pomocí vztahu [14]:

$$F_{PS} = F_{PS,0} + \frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \cdot z(t) = F_{PS,0} + F'_z \cdot z(t), \quad (1.14)$$

kde F'_z je gradient sil mezi hrotem a povrchem vzorku ve vzdálenosti z_0 od povrchu. Pohybová rovnice po přidání van der Waalsovy síly a jejího gradientu má poté tvar [14]:

$$m\ddot{z} = -k(z - u) - \gamma\dot{z} + F_0 + F_{PS,0} + F'_z, \quad (1.15)$$

která po zavedení substituce $z = z + (F_0 + F_{PS,0})/k$ přechází do tvaru [14]:

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + (k - F'_z)z = ku_0 \cos \omega t, \quad (1.16)$$

kde gradient van der Waalsovy síly způsobuje změnu efektivní tuhosti raménka dané vztahem [14]:

$$k_{ef} = k - \frac{\partial F}{\partial z} = k - F'_z. \quad (1.17)$$

Pohybová rovnice 1.16 po zavedení substituce $\omega_0^2 = k/m$, zavedení součinitele tlumení $\delta = \gamma/2m$ a vyjádřením v oblasti komplexních čísel α přechází do tvaru [14]:

$$\ddot{\alpha} + 2\delta\dot{\alpha} + \left(\omega_0^2 - \frac{F'_z}{m}\right)\alpha = \omega_0^2 u_0 \cos \omega t. \quad (1.18)$$

Při předpokladu řešení ve tvaru komplexního vyjádření α ve tvaru $\alpha = ae^{-i\omega t}$ přechází pohybová rovnice do tvaru [14]:

$$ae^{-i\omega t} \left(-\omega^2 - 2i\delta\omega + \omega_0^2 - \frac{F'_z}{m}\right) = \omega_0^2 u_0 e^{-i\omega t}. \quad (1.19)$$

Po vyjádření a úpravě komplexní amplitudy a získáme amplitudu oscilací raménka $A(\omega)$ ve tvaru [14]:

$$A(\omega) = \sqrt{a^*a} = \frac{\omega_0^2 u_0}{\sqrt{\left(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m}\right)^2 + 4\delta^2 \omega^2}}. \quad (1.20)$$

Kmitání raménka je posunuto o fázový rozdíl $\varphi(\omega)$ od oscilací piezomanipulátoru. Tento fázový rozdíl vyjadřuje vztah [14]:

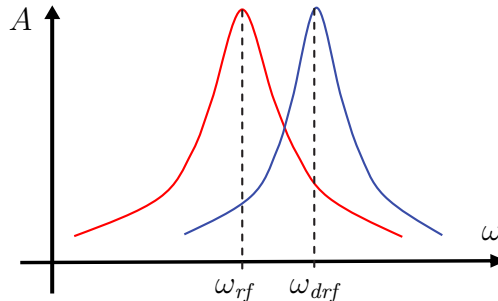
$$\varphi(\omega) = \arctan\left(\frac{2\delta\omega}{\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m}}\right). \quad (1.21)$$

Díky přítomnosti gradientu síly F'_z dochází k posunu amplitudové křivky (obr. 1.2). Rezonanční frekvence ω_{rf} raménka díky přítomnosti externí síly přechází do tvaru [14]:

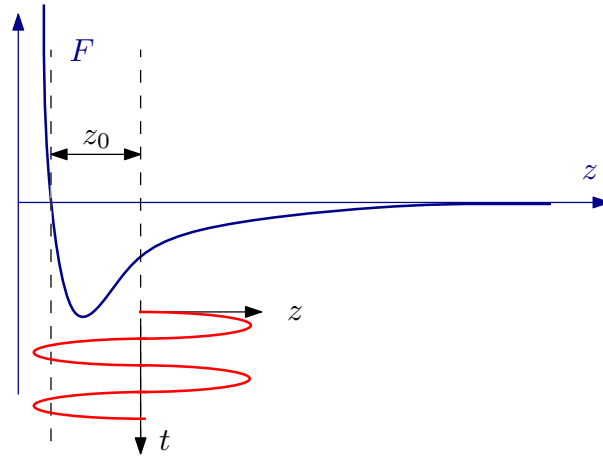
$$\omega_{rf}^2 = \omega_0^2 \left(1 - \frac{2\delta^2}{\omega_0^2} - \frac{F'_z}{m}\right) = \omega_{drf}^2 - \frac{F'_z}{m}, \quad (1.22)$$

kde ω_{drf} je disipativní rezonanční frekvence systému v přítomnosti odporových sil prostředí. Posunutí amplitudy v závislosti na frekvenci je pak úměrné rozdílu rezonanční frekvence ω_{rf} a disipativní rezonanční frekvence ω_{drf} podle vztahu [14]:

$$\Delta\omega = \omega_{drf} - \omega_{rf} = \omega_{drf} \left(1 - \sqrt{1 - \frac{F'_z}{m\omega_{drf}^2}}\right). \quad (1.23)$$



Obr. 1.2: Posunutí amplitudy v závislosti na frekvenci vlivem přítomnosti gradientu síly F'_z . Převzato a upraveno z [14].



Obr. 1.3: Pracovní pozice během pokleповého módu. Převzato a upraveno z [14].

1.1.5 Pokleповý mód

Pokleповý mód je kombinací kontaktního a bezkontaktního módu. Raménko je rozkmitáno s velkou amplitudou (10 – 100 nm) a při kmitech se hrot dotýká povrchu vzorku (obr. 1.3). Při rastrování díky kmitání nedochází k posuvu hrotu přímo po vzorku a dochází tak k redukcí třecích sil způsobujících torzní ohyb raménka. V pokleповém módu se na kmitání raménka podílí elastické síly vzniklé během kontaktu hrotu s povrchem. Pohybovou rovnicí pohybu raménka v pokleповém módu lze vyjádřit pomocí vztahu [14]:

$$\ddot{z} + 2\delta\dot{z} + \omega_0^2 [z(t) - z_0 - u_0 \cos(\omega t)] = \frac{\omega_0^2}{k} F_{PS}[z(t)], \quad (1.24)$$

kde z_0 je vzdálenost rovnovážné polohy raménka od bodu kontaktu s povrchem a síla $F_{PS}[z(t)]$ je kombinovaná síla van der Waalsovy síly a elastických sil na povrchu.

1.2 Mikroskopie elektrostatičkých sil

Mikroskopie elektrostatičkých sil (EFM) [15] je technika založená na měření gradientů elektrostatičkých sil. Technika pracuje v bezkontaktním módu ve velké vzdálenosti od povrchu, kde nedochází k působení odpudivých sil krátkého dosahu a působení kapilárních, a kde ve velké míře působí mezi hrotem a povrchem vzorku elektrostatičké síly dalekého dosahu. Gradient elektrostatičké síly způsobuje změnu rezonanční frekvence raménka, kde frekvenční posun Δf lze vyjádřit pomocí vztahu [16]

$$\frac{\Delta f}{f_0} = -\frac{1}{2} \frac{\partial F / \partial z}{k}, \quad (1.25)$$

kde f_0 je rezonanční frekvence raménka. Laterální rozlišení EFM je obecně mnohem menší než rozlišení AFM díky velké vzdálenosti hrotu od povrchu.

1.3 Sonda KPFM

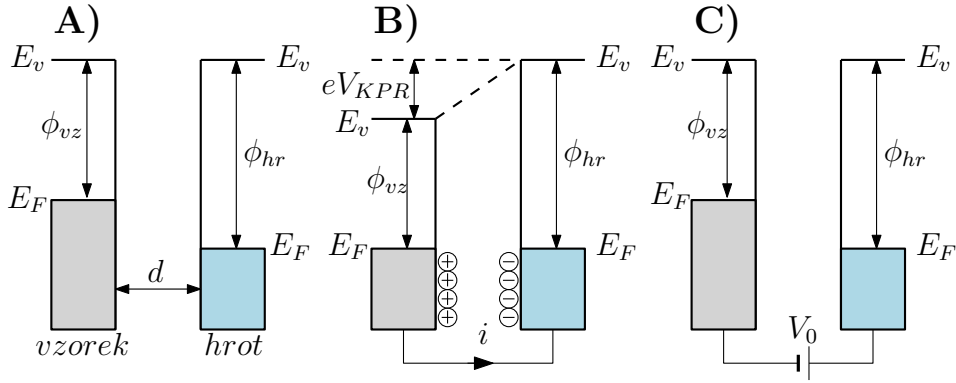
Mezi vodivým hrotem a vzorkem je možné měřit kontaktní potenciálový rozdíl, který vytváří kontaktní napětí V_{KPR} . Kontaktní napětí souvisí s výstupní prací hrotu ϕ_{hr} a výstupní prací zkoumaného vzorku ϕ_{vz} podle vztahu [6]

$$V_{KPR} = \frac{\phi_{hr} - \phi_{vz}}{-e}, \quad (1.26)$$

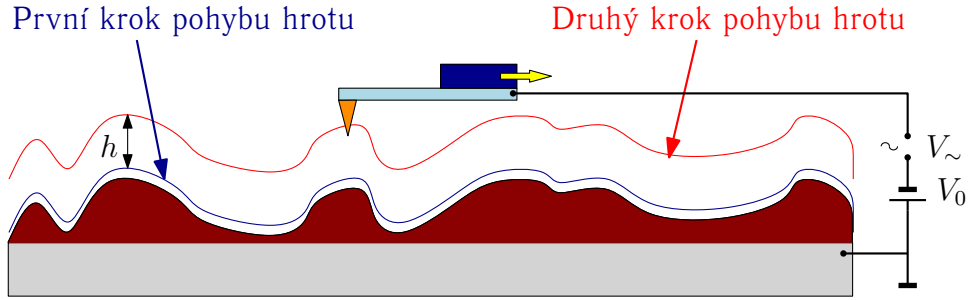
kde e je elementární elektrický náboj. Výstupní práce je minimální energie, která je potřebná k uvolnění elektronu z daného materiálu. Pro polovodiče a vodiče platí, že velikost výstupní práce je rovna rozdílu energie mezi hladinou energie ve vakuu E_V a Fermiho hladinou E_F . Pokud jsou vzorek a hrot v dostatečné vzdálenosti d od sebe a nejsou spojeny vodičem, nedochází k ovlivnění jejich Fermiho hladin (obr. 1.4 A). Při vodivém spojení dvou kovů dojde k vyrovnání jejich Fermiho hladin na stejnou hodnotu. Tento jev je způsoben přesunem elektronů z kovu s nižší výstupní prací do kovu s vyšší výstupní prací. Dojde k nabití obou kovů a k vytvoření napětí V_{KPR} (obr. 1.4 B), které způsobuje elektrickou sílu mezi hrotem a vzorkem v místě kontaktu. Toto napětí mezi hrotem a vzorkem může být vynulováno pomocí externího napětí V_0 (obr. 1.4 C). Napětí V_0 musí mít stejnou velikost a opačnou polaritu než napětí V_{KPR} . Při známé hodnotě výstupní práce hrotu a po zjištění napětí V_{KPR} je možné podle vztahu 1.26 zjistit výstupní práci vzorku [6].

1.4 Funkce KPFM

Kelvinova silová mikroskopie je dvoukroková metoda zkoumající elektrické interakce mezi vodivým hrotem AFM a substrátem. V prvním kroku je získána topografie vzorku pomocí bezkontaktního (kapitola 1.1.4) nebo pokleповého módu (kapitola 1.1.5) v jednom řádku z celkové oblasti rastru. V druhém kroku je hrot umístěn do vzdálenosti h nad povrchem vzorku. V této vzdálenosti hrot opíše profil řádku získaný v prvním kroku. Umístěním hrotu do vzdálenosti h nad povrchem se zamezí vlivu topografie vzorku a zamezí se vlivu van der Waalsových sil na samotné měření.



Obr. 1.4: Znázornění energiových hladin, kde: hrot a vzorek jsou od sebe ve vzdálenosti d a nejsou spojeny vodičem (A), hrot a vzorek jsou spojeny vodičem (B), mezi hrot a vzorek je přivedeno externí napětí V_0 , které nuluje napětí V_{KPR} (C). Převzato a upraveno z [6].



Obr. 1.5: Pohyb hrotu. Převzato a upraveno z [14].

Mezi hrot a povrch vzorku je ve druhém kroku měření přivedeno stejnosměrné napětí (V_0) a střídavé napětí (V_{\sim}). V_{\sim} slouží k rozkmitání raménka a generuje tak změny elektrických sil mezi hrotem a povrchem. Celková elektrostatická síla je pro vodivý hrot rovna [6, 16]:

$$F_{es}(z) = -\frac{1}{2}\Delta V^2 \frac{\partial C(z)}{\partial z}, \quad (1.27)$$

kde ΔV je dáno rozdílem napětí přiloženého na hrot a V_{KPR} napětím. Celkové ΔV lze zapsat vztahem [6]:

$$\Delta V = V_{hr} \pm V_{KPR} = (V_0 \pm V_{KPR}) + V_{\sim} \sin \omega t, \quad (1.28)$$

kde znak (\pm) závisí na tom, jestli je napětí V_0 přivedeno na vzorek (+) nebo na hrot (-).

Ze vztahu 1.27 po zavedení substituce ze vztahu 1.28 získáme vztah definující celkovou elektrostatickou sílu mezi hrotem a vzorkem jako [6]:

$$F_{es}(z, t) = -\frac{1}{2} \frac{\partial C(z)}{\partial z} [(V_0 \pm V_{KPR}) + V_{\sim} \sin \omega t]^2. \quad (1.29)$$

Po dalších úpravách vztahu pro elektrostatickou sílu lze celkovou výslednou sílu rozdělit na tři složky, jimiž jsou [6]:

$$F_{DC} = -\frac{\partial C(z)}{\partial z} \left[\frac{1}{2} (V_0 \pm V_{KPR})^2 \right], \quad (1.30)$$

$$F_{\omega} = -\frac{\partial C(z)}{\partial z} (V_0 \pm V_{KPR}) V_{\sim} \sin(\omega t), \quad (1.31)$$

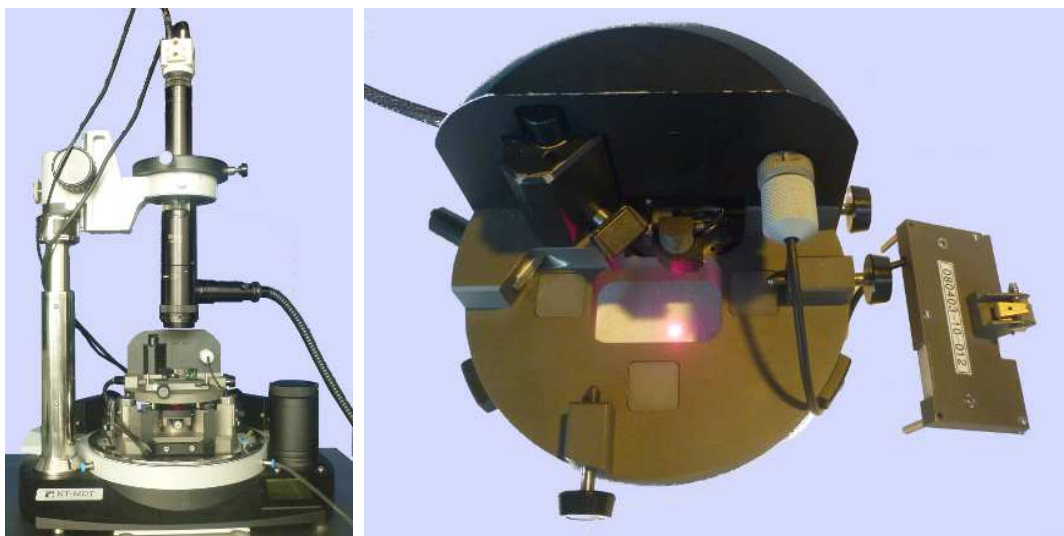
$$F_{2\omega} = \frac{\partial C(z)}{\partial z} \frac{1}{4} V_{\sim}^2 [\cos(2\omega t) - 1]. \quad (1.32)$$

F_{DC} definuje konstantní průhyb AFM raménka. F_{ω} slouží k měření kontaktního potenciálu mezi hrotem a vzorkem, kde se napětí V_0 nastavuje pomocí zpětné vazby tak, aby síla F_{ω} při frekvenci ω byla nulová. K vynulování síly F_{ω} dojde v případě, kdy napětí V_0 je rovno napětí V_{KPR} podle vztahu 1.31. Hodnoty V_0 jsou získány v každém bodě na povrchu a uloženy do paměti. Z těchto hodnot lze následně získat hodnoty povrchového potenciálu na vzorku [6]. Síla $F_{2\omega}$ hraje roli při měření kapacitní mikroskopie [17, 18].

1.5 Měřící aparatura

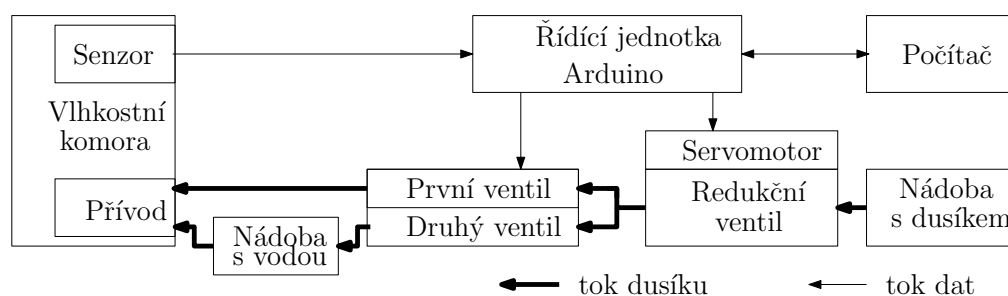
1.5.1 Mikroskop atomárních sil

Všechna měření mikroskopie atomárních sil a Kelvinovy silové mikroskopie byla prováděna na přístroji NTEGRA Prima (obr. 1.6 A) od společnosti NT-MDT [19]. Sestava je složená s piezomanipulátorem, snímací hlavou (obr. 1.6 B), optické aparatury, řídicí jednotky s počítačem a antivibračního systému. Pro měření topografie vzorků v této práci byly použity křemíkové hroty pro poklepová měření NSG10 od společnosti NT-MDT s rezonanční frekvencí 240 kHz a se zakřivením hrotu přibližně 6 nm. Dále byly použity křemíkové hroty pro kontaktní měření CSG10 s tuhostí 0,11 N/m taktéž od společnosti NT-MDT. Pro měření metodou KPFM byly použity křemíkové hroty NSG10/Au pokryté vrstvou zlata se zakřivením hrotu přibližně 35 nm. Přivedení napětí na vzorek umístěný v mikroskopu bylo uskutečněno pomocí externího napěťového zdroje s možností nastavení potenciálového rozdílu mezi elektrodami od 0 V do 16 V. Napětí bylo vedené koaxiálním kabelem uzemněným na zemnicí elektrodě napěťového zdroje.



Obr. 1.6: Mikroskop NTEGRA Prima (A). Snímací hlava s nástavcem na hrot (B).

1.5.2 Aparatura regulace vlhkosti



Obr. 1.7: Schématické znázornění aparatury na regulaci vlhkosti. Převzato a upraveno z [20]

Pro regulaci a kontrolu relativní vlhkosti při měření AFM a KPFM metodou byla využita aparatura regulace vlhkosti vyrobená na ústavu fyzikálního inženýrství (schéma aparatury na obr. 1.7). Regulace vlhkosti je zajištěna automatizovanou řídicí jednotkou, která je schopna v reálném čase regulovat tok dusíku a ovládat dva samostatné zavírací ventily. První ventil zajišťuje tok čistého dusíku do komory (obr. 1.8), který snižuje relativní vlhkost v této komoře. Druhý ventil zajišťuje tok dusíku do nádoby s vodou, ve které dojde k promíchání dusíku s vodou a část molekul vody je poté strhávána spolu s dusíkem do komory na regulaci vlhkosti a zvyšuje se tak relativní vlhkost v komoře.

Řízení ventilů je prováděno pomocí elektronické jednotky spojené s počítačem přes USB (Arduino). Zadávání hodnot (míra otevření redukčního ventilu) do Ar-

duina a výpis informací o aktuálním toku dusíku, teplotě a relativní vlhkosti zajišťuje program Humidity Controller (platforma .NET) [21].

Reálné rozmezí relativní vlhkosti, které je možné dosáhnout v aparatuře je přibližně od 2 % do 75 % relativní vlhkosti bez zahřívání nádoby s vodou. Stabilita regulovaných hodnot relativní vlhkosti je různá pro různá nastavení vlhkosti. Při nastavení 5 % relativní vlhkosti je odchylka vlhkostí asi 1 %, ale pro nastavení vlhkostí 20 % a 40 % je odchylka vlhkosti závislá na okolních podmínkách a pohybuje se v rozmezí od $\pm 2\%$ do $\pm 4\%$ relativní vlhkosti.



Obr. 1.8: Komora na regulaci vlhkosti samostatně a umístěna na AFM mikroskopu.

2 DALŠÍ POUŽITÉ TECHNIKY

Pro přípravu vzorků v této práci bylo využito několik dalších technik pro výrobu zlatých struktur na podložním SiO_2 a pro depozici oxidové vrstvy. Těmito metodami byly litografie elektronovým svazkem, metoda iontového naprašování, depozice atomárních vrstev a Plazmové čištění.

2.1 Elektronová litografie

Metoda elektronové litografie je technika určená k výrobě mikro a nanostruktur pomocí masky. Metoda je založená na koncepci zápisu elektronovým svazkem. Zápis elektronovým svazkem probíhá zejména dvěma možnými tvary svazků, a to litografií s bodovým svazkem a litografií s tvarovaným svazkem [22]. Litografie s bodovým svazkem (Gaussovským svazkem) je využívána v rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM - *Scanning Electron Microscopy*).

Při elektronové litografii dochází k ozáření polymerní látky, tzv. rezistu. Tento rezist ozářením mění svou vnitřní strukturu. V litografii jsou používány dva typy rezistů, a to pozitivní (výsledná struktura vznikne v místě ozáření elektronovým svazkem, kde dojde k porušení vnitřních vazeb v rezistu) a negativní (výsledná struktura vznikne v místě neozářeném elektronovým svazkem, kde dojde ke zpevnění vnitřních vazeb v rezistu).

Výroba litografických struktur byla provedena na kombinovaném elektronovém mikroskopu SEM/FIB Lyra3 XMH firmy Tescan [23]. Tento mikroskop je kombinací elektronového mikroskopu a techniky zvané fokusovaný iontový svazek (FIB - *Focus ion beam*).

2.2 Depozice atomárních vrstev

Depozice atomárních vrstev (ALD - *Atomic Layer Deposition*) je technika určená k nanášení tenkých vrstev z plynné fáze. Technika ALD typově patří do rodiny technik chemické depozice z plynné fáze. Proces ALD je tvořen pulzní depozicí plynného chemického prekurzoru do komory. Tento prekurzor vytvoří monovrstvu na povrch vzorku se kterým zreaguje. Přebytný prekurzor je po vytvoření monovrstvy odčerpán a vytlačen inertním plynem. V dalším kroku je do komory vypuštěn oxidační prekurzor, který zreaguje s předchozí vrstvou a vytvoří tak opět jednu monovrstvu druhého prekurzoru. Opakováním těchto dvou pulzních procesů jsou vytvořeny ultratenké vrstvy materiálu. Počtem pulzů je poté možné kontrolovat konečnou tloušťku výsledné vrstvy vytvořené v ALD [24].

Pro nanášení oxidových vrstev SiO₂ byl využit přístroj Atomic Layer Deposition system Fiji 200 [25]. Při depozici byla nastavena teplota v ALD na 200 °C. Rychlost depozice oxidové vrstvy byla 0,63 Å za cyklus, kde jeden cyklus trval přibližně 60 vteřin.

2.3 Depozice multivrstev

Pro depozici zlatých multivrstev slouží metoda iontového naprašování. Metodu iontového naprašování zajišťuje aparatura Kaufman pracující za vysokého vakua. Nízkého tlaku ($2 \cdot 10^{-7}$ mbar) v aparatuře je dosaženo pomocí předčerpání rotační vývěvou, poté turbomolekulární vývěvou a v poslední fázi čerpáním kryovývěvou. Nanášení zlatých vrstev je zajištěno iontovým zdrojem se širokým svazkem, který ionizuje argon a vytváří tak argonové ionty dopadající na zlatý terč, ze kterého jsou odprášené atomy zlata. Tyto atomy zlata dopadají na substrát a vytváří zde tenkou vrstvu. Zvolením vhodné doby depozice lze připravit vrstvy deponovaného zlata o požadované tloušťce. Kontrola tloušťky deponované vrstvy je zajištěna tloušťkoměr.

2.4 Plazmové čištění a leptání

Plazmové leptání je efektivní způsob čištění vzorků bez používání nebezpečných rozpouštědel. Tato metoda je dále schopná odstraňovat vrstvu rezistu o dané tloušťce. Základními částmi přístroje na plazmové leptání jsou vakuová komora, vakuová pumpa a vysokofrekvenční generátor tvořící plazmu [26]. V první části je komora se vzorkem vyčerpána pod hodnotu 0,1 mbar a je nastavena teplota paletky na ohřívání vzorku uvnitř komory. Poté jsou do této komory vpouštěny pracovní plyny, jimiž jsou v případě této práce kyslík a argon v poměru 4 : 1, dokud se tlak nedostane na pracovní hodnotu 0,5 mbar. Po dosažení pracovního tlaku je zapnut generátor tvořící kyslíkovou plazmu, která je tvořena kyslíkovými radikály a molekulami kyslíku. Tyto radikály a molekuly jsou schopné rychlého leptání polymerů a organických materiálů za vzniku oxidu uhličitého a vody. Při běhu generátoru jsou do komory neustále vpouštěny čerstvé pracovní plyny a odčerpávány zreagované plyny. Po dokončení plazmového čištění je zastaven přívod pracovních plynů a proběhne čištění komory. Čištění komory probíhá za neustálého vhánění plynu do komory a jeho odčerpávání.

Plazmové čištění a leptání rezistů v této práci probíhalo na přístroji Resist stripper NANO Plasma cleaner [27] od společnosti Diener.

3 OXIDOVÁ VRSTVA

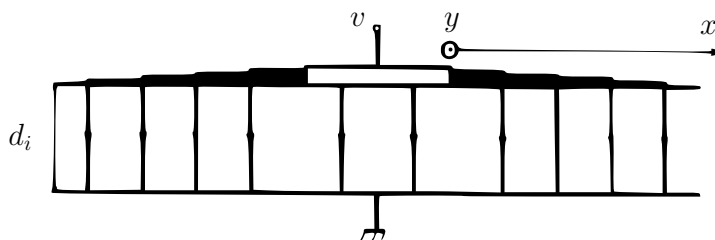
Po objevení tranzistorového efektu se začal rozmáhat výzkum polovodičových materiálů, mezi nimiž byly křemíkové a germaniové krystaly, díky povrchovým vlastnostem a stabilitě PN přechodů na nich vyrobených. Objevení termálního růstu vrstvy oxidu křemičitého započalo široké rozšíření křemík-tranzistorové technologie. Tato vrstva oxidového izolátoru našla uplatnění jako krycí vrstva proti difuzi nečistot na křemík. Dále je schopná oddělit vodivé kovové elektrody od polovodičů a jednotlivé části integrovaných obvodů [28]. Oxidová vrstva je důležitou součástí mikro/nano elektromechanických zařízení, jako jsou diody, rezistory a stala se základem pro MIM (kov-izolátor-kov struktura) a MOS (kov-izolátor-polovodič struktura) struktury. V dnešní době má velké využití ve výrobě MOSFET (*Metal-oxide-semiconductor field-effect transistor*) polem řízených tranzistorů.

Existuje několik základních technik sloužících k výrobě oxidové vrstvy na substrátech. Termální oxidace křemíkového waferu, která probíhá při teplotách od 800 – 1100 °C a může být prováděna jako „suchá“ nebo „mokrá“. Při „suché“ oxidaci reaguje povrchová vrstva křemíku s molekulami kyslíku za vzniku SiO₂. Tato metoda oxidace je pomalejší a lépe kontrolovatelná. „Mokrá“ oxidace se vyznačuje asi 10× větší rychlostí, kde SiO₂ je tvořeno reakcí křemíku s molekulami vody za vzniku odpadních molekul vodíku. Těmito metodami lze dosáhnout velkých tloušťek oxidové vrstvy v rozmezí od několika nanometrů po jednotky mikrometrů [29]. Dalšími metodami, užívanými výhradně pro nanášení tenkých vrstev oxidu s velkou přesností a uniformitou, jsou plazmová chemická depozice z plynné fáze a depozice atomárních vrstev, o níž bylo více řečeno v kap. 2.2.

Základní strukturní jednotka pevných forem oxidu křemičitého je tetraedr s atomem křemíku uprostřed a se čtyřmi kyslíky v rozích tetraedru. Vazebný úhel mezi O - Si - O je ve všech formách oxidu stejný. Těmito formami jsou krystalická, skelná a amorfni. Důležitou vlastností oxidu křemičitého je jeho optimální relativní permitivita, která je dostatečně vysoká pro použití jako dielektrika do kondenzátoru a dostatečně nízká pro rychlou *RC* odezvu vodičů o odporu *R* stíněného oxidovou vrstvou. Relativní permitivita oxidu křemičitého je $\epsilon_r = 3,7 - 3,9$ [29]. Odolnost SiO₂ vrstvy vůči elektrickému poli je definována jako dielektrická pevnost ($\sim 10^7$ V/cm), která definuje velikost nejnižšího napětí, při kterém dojde k průrazu dielektrika o dané tloušťce. S dielektrickou pevností souvisí vysoký měrný elektrický odpor ($\sim 10^{17}$ Ω cm), který dělá z SiO₂ vrstvy velmi dobrý izolátor.

3.1 Transport náboje

Castagne *et al.* [2] vytvořily model přesouvání náboje izolační vrstvou o tloušťce d_i umístěnou na vodivém substrátu, kde vodivý substrát i izolační vrstva má nekonečnou délku na osách x a y . Na této struktuře je umístěna řídicí elektroda (*Gate*), která má nekonečný rozměr na ose y a konečný rozměr na ose x . Schéma struktury je na obrázku 3.1.



Obr. 3.1: Schéma MIM (kov-izolátor-kov) zařízení. Převzato a upraveno z [2].

Pohyb náboje po povrchu izolátoru je charakterizován povrchovou rezistivitou R_{\square} (Ω/\square). Pohyb náboje skrz vrstvu izolátoru je definován měrným objemovým odporem ρ (Ωcm). Při aplikaci střídavého napětí $v \exp(j\omega t)$ na strukturu lze tok náboje rozdělit do několika složek:

- proud i_1 skrz izolátor pod řídicí elektrodou
- proud i_2 přes nabíjený kondenzátor mezi elektrodou a substrátem
- proud i_3 , vzniklý díky pohybu náboje mimo elektrodu

Při těchto předpokladech lze první dva proudy zapsat jako [2]:

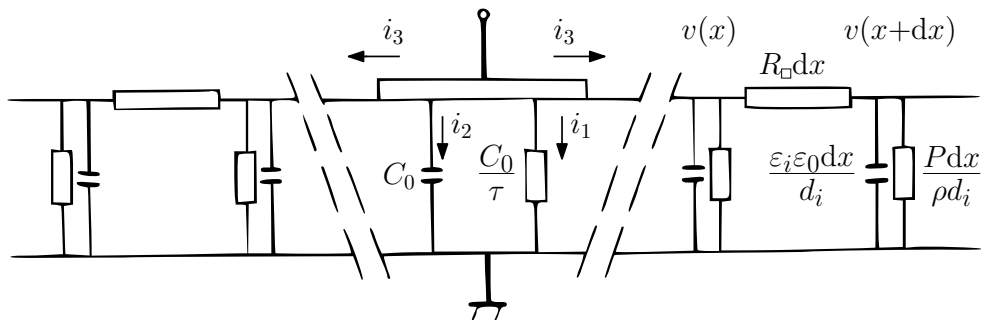
$$i_1 = \frac{S}{\rho d_i} v \exp(j\omega t), \quad (3.1)$$

$$i_2 = j \frac{\varepsilon_r \varepsilon_0 S}{\rho d_i} \omega v \exp(j\omega t), \quad (3.2)$$

kde S je plocha elektrody a ε_i je relativní permitivita izolační vrstvy v daném místě.

Pro výpočet proudu i_3 je možné použít obvod ekvivalentní danému systému, jehož schéma je na obrázku 3.2. Použitím tohoto obvodu a zavedením substitucí $x_0^2 = \rho d_i / R_{\square}$ pro vzdálenost pohybu náboje mimo řídicí elektrodu a $\tau = \rho \varepsilon_i \varepsilon_0$ je možné vyjádřit potenciál na povrchu izolátoru jako funkci polohy a času podle rovnice difuzního typu ve tvaru [2]:

$$\frac{\partial v(x, t)}{\partial t} = \frac{x_0^2}{\tau} \frac{\partial^2 v(x, t)}{\partial x^2} - \frac{v(x, t)}{\tau}. \quad (3.3)$$



Obr. 3.2: Obvod ekvivalentní MIM zařízení. Převzato a upraveno z [2].

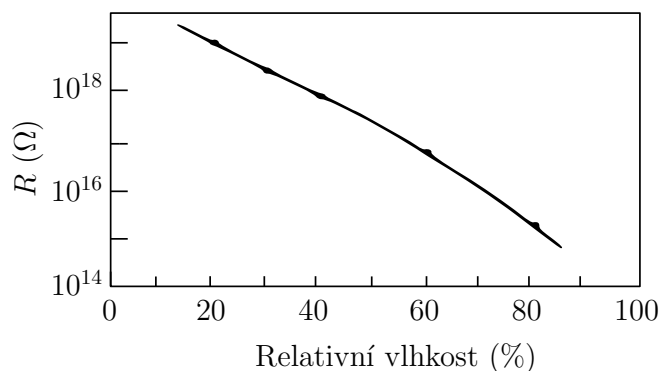
Při znalosti potenciálu náboje na povrchu izolátoru, je možné vyjádřit proud i_3 ze vztahu [2]:

$$i_3 = \frac{P}{R_{\square}} \frac{\partial v(x, t)}{\partial x} \Big|_{x=0}, \quad (3.4)$$

kde P je obvod elektrody. Při zavedení sinusového napětí je možné vztah 3.3 integrovat a získat tak vztah pro proud i_3 jako [2]:

$$i_3 = \frac{P\sqrt{1+j\omega\tau}}{R_{\square}x_0} v \exp(j\omega t). \quad (3.5)$$

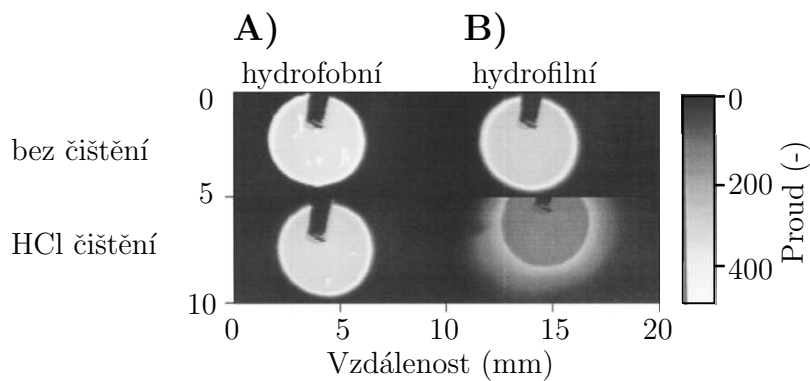
Castagne *et al.* [2] zkoumali vliv relativní vlhkosti na velikost povrchového odporu u vrstev vytvořených z křemičitých laků, anorganického skla a organických monomolekulárních vrstev. Ho *et al.* [30] provedli tato měření na SiO_2 vrstvě a objevili rychlý lineární pokles povrchového odporu, který při 20% relativní vlhkosti byl přibližně $R = 10^{19} \Omega$ a při 80% relativní vlhkosti přibližně $R = 10^{15} \Omega$ (obr. 3.3).



Obr. 3.3: Závislost povrchového odporu na relativní vlhkosti. Převzato a upraveno z [2].

3.1.1 Šíření povrchového náboje

Hedborg *et al.* [31] provedli pokus zabývající se přesunem náboje na hydrofobní a hydrofilní vrstvě oxidu křemičitého. Použili techniku sloužící k detekci fotoindukovaného elektrického signálu získaného z tenkého Pt-MOS kondenzátoru pulzním světlem. Touto technikou naměřili snímek povrchového potenciálu nad Pt elektrodami. Z nich získali informace o migraci náboje z platinové elektrody a jejího vybíjení. Na hydrofobním povrchu bez ošetření kyselinou chlorovodíkovou nedocházelo k žádné migraci náboje z Pt elektrody (obr. 3.4 (A) nahoře). Po ošetření struktury kyselinou chlorovodíkovou (obr. 3.4 (A) dole) docházelo k nahromadění náboje na hraně elektrody. Na hydrofilním povrchu SiO_2 bez ošetření pomocí HCl docházelo k nahromadění náboje na okraji elektrody (obr. 3.4 (B) nahoře). Po ošetření struktury pomocí HCl docházelo k šíření povrchového náboje mimo Pt elektrodu. Toto šíření náboje je zřetelně vidět na obrázku 3.4 (B) (dole), v podobě světlejšího kruhu vně elektrody.

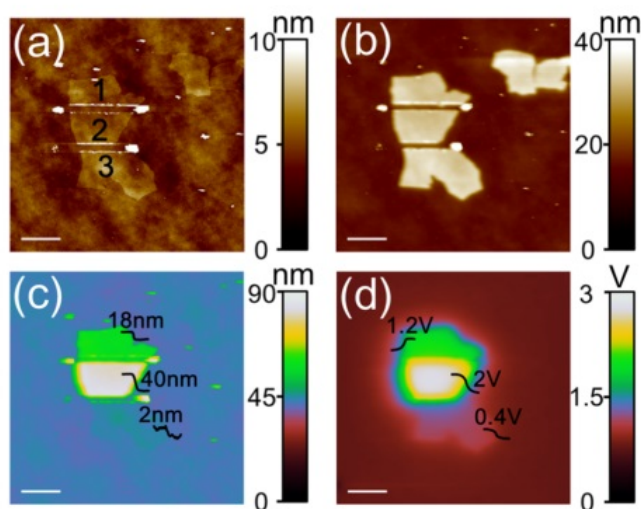


Obr. 3.4: Snímek nabitých (A) hydrofobních struktur neošetřených (nahore) a ošetřených pomocí HCl (dole). (B) Hydrofilních struktur neošetřených (nahore) a ošetřených pomocí HCl (dole). Převzato a upraveno z [31].

K šíření povrchového potenciálu dochází od lokálně nabitých povrchových struktur. Verdaguer *et al.* [32] pomocí vodivého hrotu KPFM byli schopni přivést napětí na hrot a tímto napětím nabít izolované struktury grafenu. Rozdíl kontaktního potenciálového rozdílu po přivedení napětí na strukturu rostl s dobou přiložení hrotu ke grafenové struktuře a lineárně rostl s velikostí napětí na hrotu. V dalším kroku zkoumali vybíjení této struktury, kde se část náboje odváděla po povrchu vrstvy SiO_2 , na níž byla grafenová struktura umístěna. Rychlost tohoto vybíjení se zvyšovala s rostoucí relativní vlhkostí.

Možnosti nabíjení izolované struktury využili Shen *et al.* [33], kteří zkoumali přesun náboje mezi izolovanými strukturami redukovaného oxidu grafenu. Osamocenou strukturu oxidu grafenu ležící na SiO_2 substrátu rozdělili na tři části. Topogra-

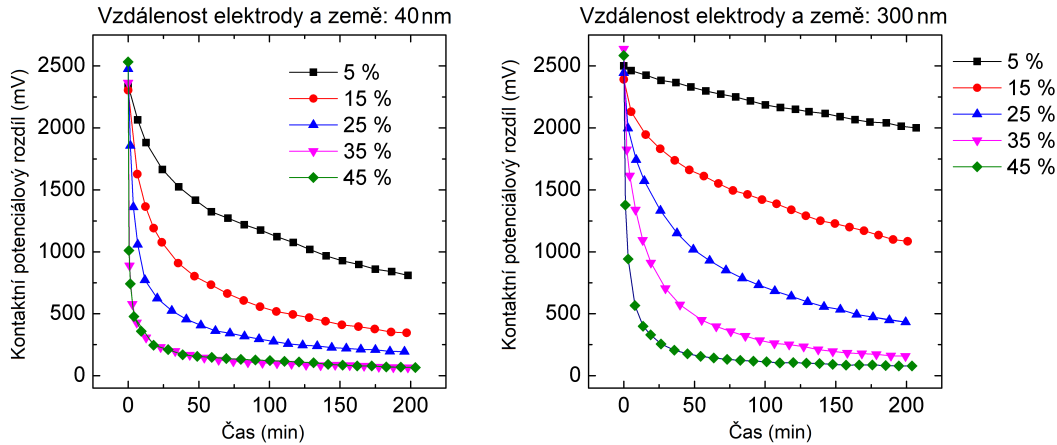
fický snímek pomocí poklepového módu a snímek rastrovacím polarizačním silovým mikroskopem (SPFM - *Scanning Polarization Force Microscopy*) jsou znázorněny na obrázku 3.5 (a) a 3.5 (b). Na prostřední část přiložili hrotem napětí 12 V po dobu jedné minuty. Následným měřením pomocí KPFM a poklepovém módu AFM těchto struktur objevili, že část náboje z prostřední části struktury přešla na okrajové části struktury. Díky přitažlivé elektrostatické síle mezi hrotem a nabitou strukturou došlo k měření vyšší topografie v poklepovém módu (obr. 3.5 (c)), kde se měřené výšky na částech rGO označených jako 1, 2, 3 zvýšily o 18 nm, 40 nm a 2 nm oproti původním hodnotám před nabitím. Velikosti povrchového potenciálu na částech rGO byly 1,2 V, 2,0 V a 0,4 V (obr. 3.5 (d)).



Obr. 3.5: Topografický snímek separovaných částí rGO (a), SPFM snímek (b), snímky pořízené po nabití struktur v poklepovém módu (c) a KPFM mikroskopem (d). Převzato a upraveno z [33].

V další části Shen *et al.* [33] studovali změny velikosti povrchového potenciálu na separovaných rGO částech po nabití jedné z nich v závislosti na čase a na vzdálenosti oddělených částí. K největšímu přesunu náboje docházelo při malé vzdálenosti oddělených struktur a velké šířce této vytvořené mezery.

Těchto poznatků využil ve své práci Konečný *et al.* [34], kde zkoumal přesun náboje z izolované grafenové struktury (nabité vodivým hrotem AFM) na zemnicí elektrodu. Tímto způsobem mohl jasně definovat hodnotu nulového potenciálu a zkoumat tak absolutní hodnotu přesunu náboje z izolované struktury. Tento přesun náboje byl měřen metodou KPFM jako snižování kontaktního potenciálového rozdílu mezi zemnicí elektrodou a izolovanou grafenovou strukturou. Měření probíhala nad danou strukturou přibližně každých 8 minut. Z těchto měření následně odvodil časové závislosti úbytku náboje na izolovaných strukturách pro vzdálenosti 40 nm (obr.



Obr. 3.6: Graf závislosti kontaktního potenciálového rozdílu izolované grafenové struktury a zemnicí elektrody při relativních vlhkostech od 5 do 45 %. Převzato a upraveno z [34].

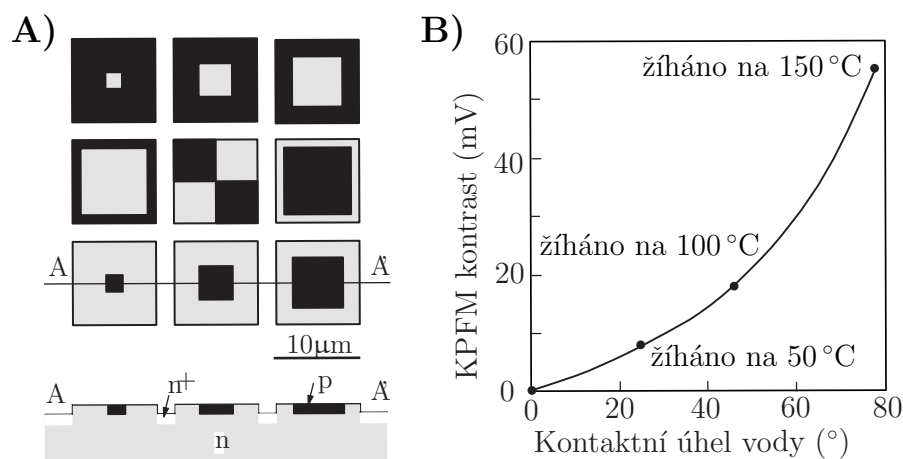
3.6 vlevo) a 300 nm (obr. 3.6 vpravo) mezi izolovanou grafenovou strukturou a zemnicí elektrodou pro relativní vlhkosti od 5 do 45 %. Z výsledků je zřejmé, že rychlost přesunu náboje se zvyšuje s relativní vlhkostí a klesá se vzdáleností izolované struktury od zemnicí elektrody. Při vlhkostech nad 45 % jsou struktury vybity v řádu několika minut pro obě vzdálenosti struktury od zemnicí elektrody.

Alternativní metodou pro studium nabíjení a vybíjení dielektrika použili Zaghoul *et al.* [35], kteří využili AFM silově-vzdálenostních křivek. Při těchto měřeních zjišťovali celkovou sílu nutnou k odtržení hrotu od povrchu. Tato síla se zvyšovala díky působení elektrostatické síly mezi nabitou dielektrickou vrstvou a mezi hrotem. Dalšímu navýšení síly odtržení došlo díky vytvoření pole indukovaného vodního menisku, který více obklopuje povrch hrotu a způsobuje tak větší adhezí sílu než pole neindukovaný meniskus. Těmito měřeními podpořili svou předešlou práci, kde se zabývali měřením nabíjení a vybíjení dielektrika mikroelektromechanických zařízení KPFM metodou [36].

3.1.2 Stínění potenciálu

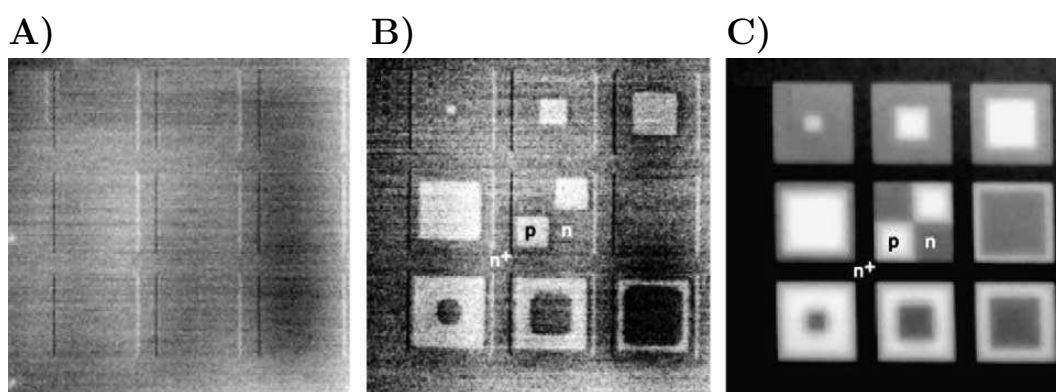
Velikost stínění potenciálu závisí na několika parametrech, jimiž jsou relativní permitivita dielektrika, výška tohoto dielektrika a množství adsorbované vody na dielektriku. Jednou z charakteristik pro určení množství adsorbované vody na povrchu oxidové vrstvy je zjištění kontaktního úhlu vody. Velikost kontaktního úhlu závisí na množství organických nečistot na povrchu dielektrika a na množství -OH skupin na povrchu.

Sugimura *et al.* [4] vytvořili struktury s PN přechody na N dopovaném křemíkovém



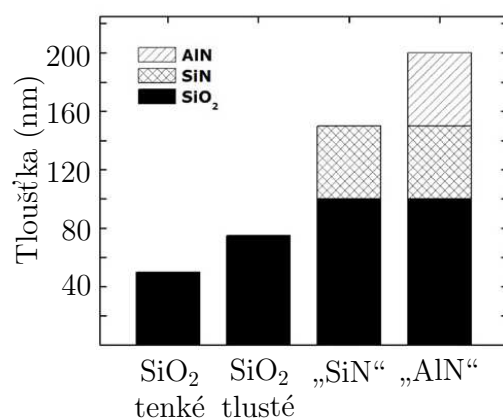
Obr. 3.7: Schéma PN struktur pro měření potenciálového kontrastu (A) a KPFM kontrast v závislosti na kontaktním úhlu vody (B). Převzato a upraveno z [4, 5].

substrátu iontovou implementací boru (příměs s vodivostí typu P) a arsenu (příměs s vodivostí typu N). Schéma struktur je na obrázku 3.7 (A). Na tento vzorek poté nanесли 2 nm vysokou vrstvu SiO_2 a vzorek ošetřili pomocí fotochemického čištění, kterým dosáhli pokrytí celého povrchu -OH skupinami a získali tak hydrofilní povrch s kontaktním úhlem téměř 0° . Dodatečným žiháním pak roste kontaktní úhel a zvyšuje se hydrofobnost povrchu, důsledkem dehydratační reakce -OH skupin při žihání za vzniku vody a kyslíkových radikálů. Podle Sugimura *et al.* [4] a Nakagiri *et al.* [5] jsou kontaktní úhly vody na povrchu SiO_2 25° , 46° a 78° pro teploty žihání 50°C , 100°C a 150°C .



Obr. 3.8: Znázornění KPFM snímků hydrofilní struktury měřené při relativní vlhkosti 54% s potenciálovým kontrastem 0 mV (A), hydrofobní struktury po 3 hodinách žihání při 100°C s potenciálovým kontrastem 18 mV (B) a hydrofilní struktury měřené při relativní vlhkosti menší než 1% s potenciálovým kontrastem 50 mV (C). Převzato a upraveno z [4, 5].

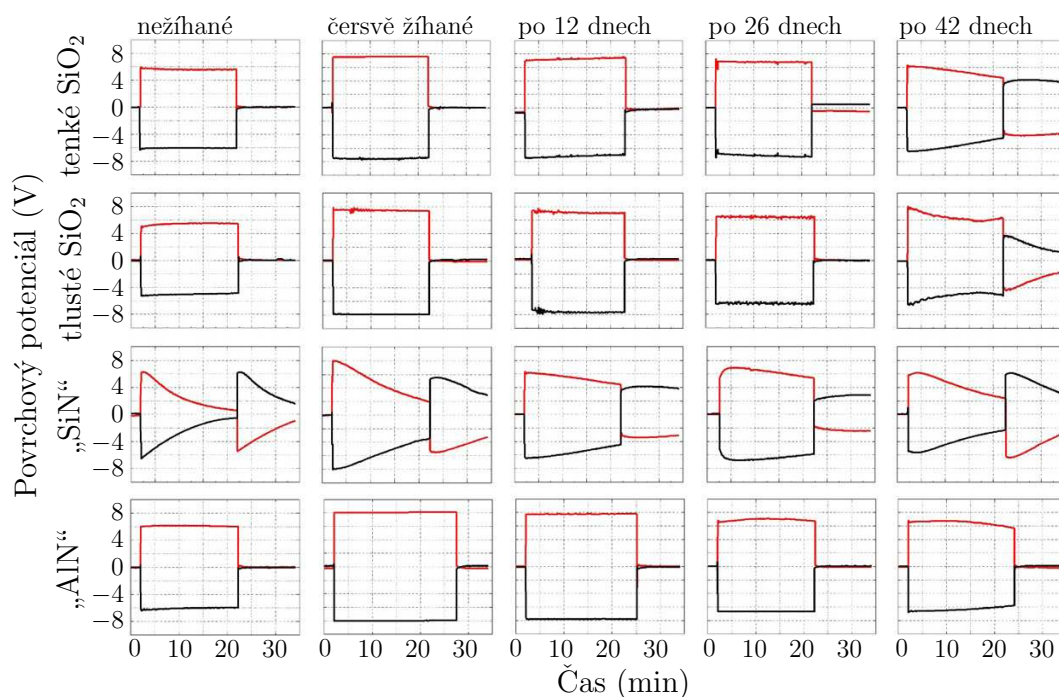
Na těchto PN strukturách poté provedli Sugimura *et al.* [4] měření povrchového potenciálu pomocí KPFM a zjišťovali KPFM kontrast mezi P dopovanou a N dopovanou částí. Zjistili, že KPFM kontrast se zvyšuje při žíhání vzorku vyšší teplotou, tudíž se zvyšujícím se kontaktním úhlem respektive rostoucí hydrofobností vzorku. Při kontaktních úhlech vody 25 °, 46 ° a 78 ° byly potenciálové kontrasty 9 mV, 18 mV a 55 mV (obr. 3.7 (B)). Při předpokladu, že potenciálový kontrast závisí na množství adsorbované vody na povrchu, umístili vzorek do atmosféry s relativní vlhkostí menší než 1 %. Toto měření ukázalo, že snížení vlhkosti pod 1 % zvýší potenciálový kontrast na téměř stejnou hodnotu, jako efekt žíhání při 150 °C. Na obrázku 3.8 jsou popořadě znázorněny tři KPFM snímky: hydrofilního povrchu při relativní vlhkosti 54 %, hydrofobního po 3 h žíhání při teplotě 100 °C a snímek hydrofilního povrchu pořízený při relativní vlhkosti menší než 1 %.



Obr. 3.9: Znázornění krycích vrstev dielektrik použitých pro měření Laboriante *et al.* [1]. Převzato a upraveno z [1].

Jak bylo řečeno na začátku této podkapitoly, zásadní vliv na stínění potenciálu má samotná tloušťka, relativní permitivita a charakter dielektrika. Podle Laboriante *et al.* [1] je pro celkový charakter dielektrické vrstvy řídicí horní vrstva dielektrika. Pro měření nabíjení a vybíjení dielektrika metodou KPFM vytvořili MEMS zařízení složené z Al elektrod pokrytých různými vrstvami dielektrika. Jako dielektrika použili oxid křemičitý, nitrid křemíku (SiN) a nitrid hlinitý (AlN) s relativními permitivitami 3, 9; 7, 5 a 8, 9. Měření provedli na tenké vrstvě SiO₂ (~ 50 nm), tlusté vrstvě SiO₂ (~ 75 nm) a na formálně pojmenovaných vrstvách „SiN“ a „AlN“. „SiN“ vrstva byla složená ze spodní 100 nm vrstvy SiO₂ a horní 50 nm vrstvy SiN. „AlN“ vrstva byla složená ze spodní 100 nm vrstvy SiO₂, prostřední 50 nm vrstvy SiN a horní 50 nm vrstvy AlN (znázornění jednotlivých vrstev dielektrik je zobrazeno na obrázku 3.9). Na Al elektrody poté přiváděli napětí v pořadí 0 V, +10 V (červené profily na obr. 3.10)/−10 V (černé profily na obr. 3.10) a 0 V na dobu 2 min, 20 min

a 12 min a měřili povrchový potenciál při vlhkosti $\sim 50\%$. Dále pak tyto vzorky žíhali při teplotě 100°C a zjišťovali povrchový potenciál čerstvě vyžíhaných vzorků a vzorků 12, 26 a 42 dnů po žíhání. Výsledky jejich měření jsou znázorněny na obrázku 3.10.



Obr. 3.10: Znázornění závislosti časového průběhu povrchového potenciálu na dielektrických vrstvách po žíhání při přivedení napětí $+10\text{ V}$ (červený profil) nebo -10 V (černý profil) na elektrody. Převzato a upraveno z [1].

K největšímu stínění potenciálu před žíháním dochází na široké vrstvě SiO_2 . Na vrstvách SiO_2 a „AlN“ nedochází k poklesu pronikajícího potenciálu, zatímco na „SiN“ vrstvě dochází k exponenciálnímu poklesu pronikajícího potenciálu. Tento exponenciální pokles může být způsoben kapacitním párováním, snaže zachycené náboje přesouvat se, nebo se přeskupovat proti směru elektrod. Při odpojení napětí se projeví přeskupené náboje změnou polarizace naměřeného povrchového potenciálu. Po změně polarizace se náboj opět začne přeskupovat do původní hodnoty. Tento jev je detekován jako exponenciální pokles povrchového potenciálu.

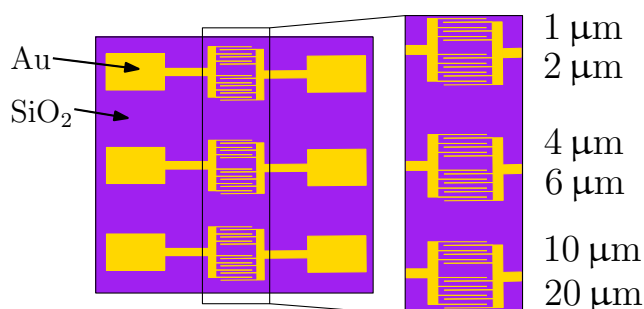
Žíhání vzorků způsobuje nárůst pronikajícího náboje na všech vrstvách. Tento nárůst je dáván do souvislosti s adsorbovanou vodou, která zvyšuje relativní permittivitu daného dielektrika. Zásadní změna nastává 42 dnů po žíhání, kde se u všech vrstev začíná projevovat exponenciální pokles naměřeného povrchového potenciálu. Tento pokles je způsoben pravděpodobně přeskupením náboje v místech difundovaných molekul vody v dielektriku. Při změně napětí na elektrodách z $+10\text{ V}/-10\text{ V}$

na 0 V dochází ke změně polarizace měřeného povrchového potenciálu (projeví se přeskupený náboj). Tato měření ukázala degradaci dielektrik na MEMS zařízeních při provozu v normálních podmínkách. Tato degradace je způsobena převážně adsorbí molekul vody na povrchu dielektrik.

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4.1 Příprava vzorku

Pro měření prostupnosti a nabíjení oxidové vrstvy byly vytvořeny zlaté struktury na křemíkovém substrátu s 280 nm vrstvou oxidu křemičitého. Struktury byly navrženy tak, aby bylo možné přivádět na elektrody různé napětí, aby se tyto elektrody vzájemně nedotýkaly a aby nedocházelo k toku proudu mezi elektrodami. Schéma struktur je zobrazeno na obrázku 4.1.

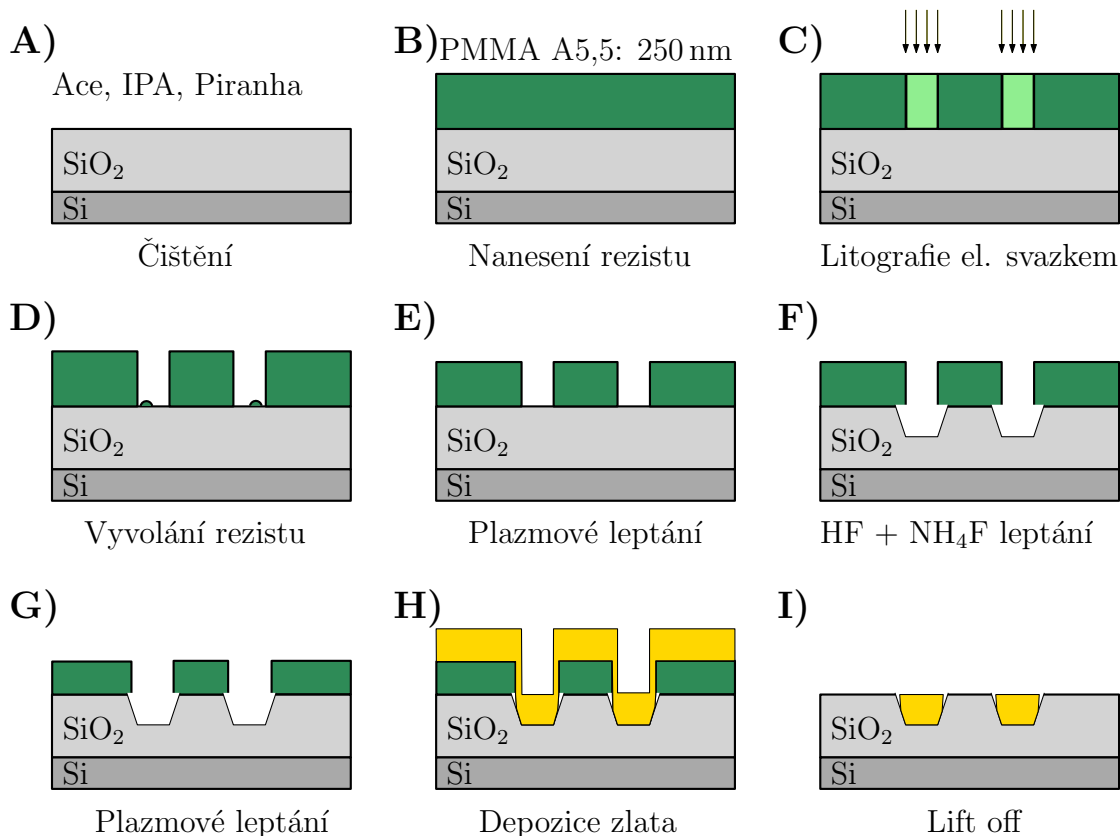


Obr. 4.1: Schéma vzorku se strukturami pro měření, kde vzdálenost elektrod jsou od 1 do 20 μm .

Celkový proces výroby vzorků zahrnoval několik kroků, které jsou vyobrazeny na schématu 4.2.

Jako podložní substrát pro struktury byly použity křemíkové destičky s 280 nm oxidovou vrstvou, kde rozměr destiček byl 5×5 mm. Substrát bylo nutné dostatečně vyčistit od prachových částic a organického materiálu na povrchu vzorků (obr. 4.2 A). Čištění probíhalo v pěti krocích. Nejdříve byly vzorky vyčištěny pomocí acetonu a isopropylalkoholu v ultrazvukovém čističi po dobu 5 minut. Dále byly vzorky čištěny pomocí tzv. Piranhi, což je směs 96% kyseliny sírové a 30% peroxidu vodíku v poměru 3 : 1. Tato směs je schopná rychle rozkládat organický materiál na povrchu vzorku a také odstraňuje zbytky po čištění acetonem a isopropylalkoholem. V dalším kroku bylo provedeno opláchnutí vzorků demineralizovanou vodou od piranhy a voda na povrchu byla vysušena silným proudem dusíku. Pokud na vzorcích zůstaly nečistoty, byly vzorky umístěny do plasmového čističe po dobu 2 minut (metoda popsána v kap. 2.4).

Takto vyčištěné vzorky byly několik minut zahřáty na teplotu 180°C , aby se zbavily adsorbované vody na povrchu a poté byly umístěny na plotýnku s teplotou 80°C , aby nedošlo k předčasnému vytvrzení naneseného rezistu. Na vzorky byl poté nanesen rezist PMMA A5, 5 (obr. 4.2 B) s relativní molekulovou hmotností 495 000



Obr. 4.2: Proces výroby vzorku se zlatými strukturami pro měření propustnosti potenciálu a šíření potenciálu na oxidové vrstvě.

(5,5% roztok polymethylakrylátu v anisolu - fenylmethylether). Rezist byl nanesen pomocí spin coateru Laurel 400, ve kterém byly vzorky roztočeny na rychlost 4000 otáček za minutu po dobu 90s a došlo k homogennímu rozprostření rezistu na povrchu vzorků. Tloušťka rezistu je závislá na rychlosti otáčení při nanášení rezistu. Při rychlosti 4000 otáček za minutu byla vytvořená vrstva PMMA na povrchu vzorků přibližně 250 nm. Po nanesení rezistu došlo k jeho vytvrzení zahřátím vzorků na teplotu 180 °C po dobu 90s. Po vytvrzení rezistu byly vzorky připraveny na elektronovou litografii.

Na vytvrzeném rezistu byla provedena elektronová litografie (obr. 4.2 C) pomocí výše zmíněného mikroskopu Tescan Lyra3 (metoda popsána v kap. 2.1). Pro litografii byly použity elektrony s energií 30 keV. Byly nastaveny dva svazky pro expozici v módu „*Wide Field*“, při kterém je vypnuta objektivová čočka a fokusace svazku probíhá pouze pomocí IML čočky. Fokusace svazku pomocí IML čočky zhoršuje rozlišení, ale výrazně zlepšuje hloubku ostrosti svazku, takže je možné omezit vliv případného naklonění vzorku. Pro jemné struktury byl použit svazek s proudem elektronů 2 nA a pro koncové elektrody sloužící pro nakontaktování na keramický

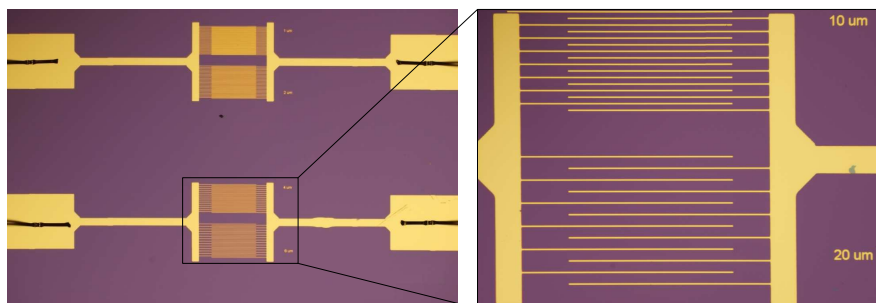
expandér byl použit svazek s proudem elektronů 130 nA. Byl proveden test dávek expozice pro oba svazky od 100 do 700 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$. Pro svazek s proudem 2 nA bylo zjištěno, že ideální dávka pro expozici je 330 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ a pro svazek s proudem 130 nA je ideální dávka 600 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$. Při nižších dávkách docházelo k nedostatečnému odstranění rezistu po vyvolání a vyšších dávkách docházelo ke splývání jemných struktur.

Pro vytvoření struktur v rezistu po elektronové litografii je nutné vzorky umístit do vývojky (obr. 4.2 D). Vývojkou pro PMMA byl v této práci roztok MIBK:IPA v poměru 1 : 3 působící na vzorky po dobu 90 s. Pro odstranění vývojky byl použit isopropylalkohol na 60 s a vysušení silným proudem dusíku. Vyvolání rezistu nebylo ve všech případech úplné a ve vyvolané struktuře zůstávaly zbytky nevyvolaného rezistu. Tyto zbytky rezistu byly odstraněny pomocí plazmového leptání (obr. 4.2 E). Plazmové leptání probíhalo po dobu 120 s, takže odleptaná vrstva rezistu byla přibližně 40 nm.

Při výrobě zlatých struktur na SiO_2 byla snaha o zapuštění elektrod do oxidové vrstvy, aby byl redukován vliv topografie vzorku na měření Kelvinovou silovou mikroskopií. Z tohoto důvodu byla do oxidové vrstvy (v místech, kde došlo k vyvolání rezistu) vyleptána struktura hluboká 100 nm (obr. 4.2 F) ponořením vzorku na 60 s do leptacího činidla, které bylo umístěno do vodní lázně s teplotou 23 °C (pro zachování stabilní teploty leptání pro všechny vzorky). Leptacím činidlem byla v tomto případě směs 49% kyseliny fluorovodíkové a 40% fluoridu amonného v poměru 1 : 7. Leptací činidlo v tomto poměru je schopno leptat 730 – 800 Å za minutu [37]. Rychlost leptání je výrazně závislá na teplotě a rozdíl 1 °C odpovídá zvýšení rychlosti leptání přibližně o 100 Å za minutu.

Pro pufrovanou kyselinu fluorovodíkovou je typické že leptá oxidy izotropně, což má za následek, že dochází k leptání oxidové vrstvy i pod rezistem. Z tohoto důvodu je rezist podruhé vystaven plazmovému leptání (obr. 4.2 G), při kterém dojde k rozšíření struktur v rezistu a vyrovnání šířky vyleptaných oxidových struktur s šířkami struktur v rezistu. Na takto připravené vzorky byla v aparatuře Kaufman (metoda popsána v kap. 2.3) nanese 3 nm vysoká vrstva titanu, jako adhezivní vrstva pro depozici zlata a poté nanese 97 nm vrstva zlata stejnou metodou (obr. 4.2 G). V poslední části výroby struktur byla provedena tzv. „*Lift Off*“ metoda (obr. 4.2 I), která spočívá v odstranění vrstvy PMMA a nechtěné vrstvy zlata na strukturách. Odstranění PMMA probíhalo ponořením vzorků na 24 h do acetonu, ve kterém dochází k jeho rozpuštění. Vzorky bylo poté nutné umístit do ultrazvukového čističe na dobu alespoň 60 s a poté na dalších 5 minut do čistého acetonu pro úplné odstranění nežádoucí vrstvy zlata a zbytku PMMA. Odstranění acetonu z povrchu vzorků proběhlo jejich ponořením do isopropylalkoholu a umístěním do ultrazvukového čističe po dobu 60 s. V poslední fázi byly vzorky opláchnuty demine-

ralizovanou vodou a ofouknuty dusíkem. Struktury byly poté kontrolovány optickým mikroskopem a pokud zde byly objeveny zbytky rezistu bylo provedeno plazmové leptání za účelem jeho úplného odstranění.

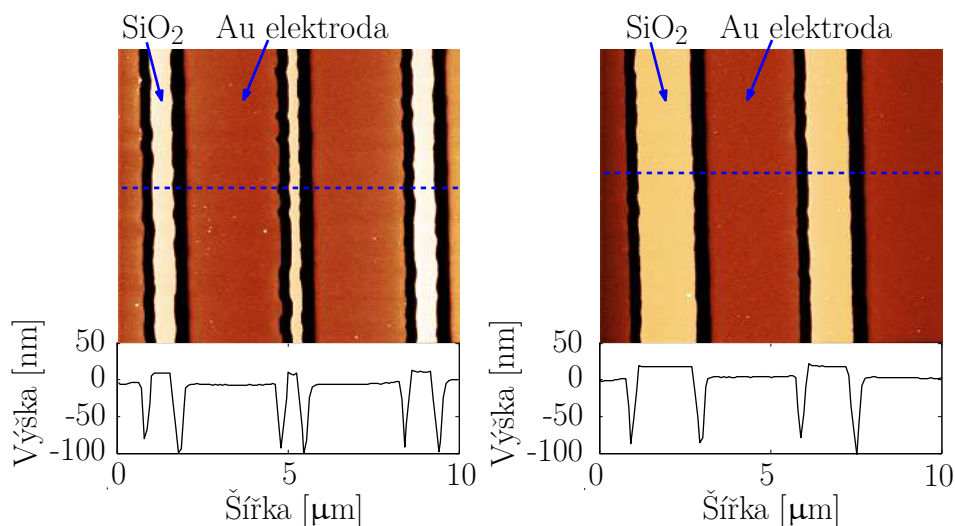


Obr. 4.3: Fotografie zlatých struktur na podložní oxidové vrstvě z optického mikroskopu a detailní pohled na elektrody vzdálené 10 a 20 μm od sebe.

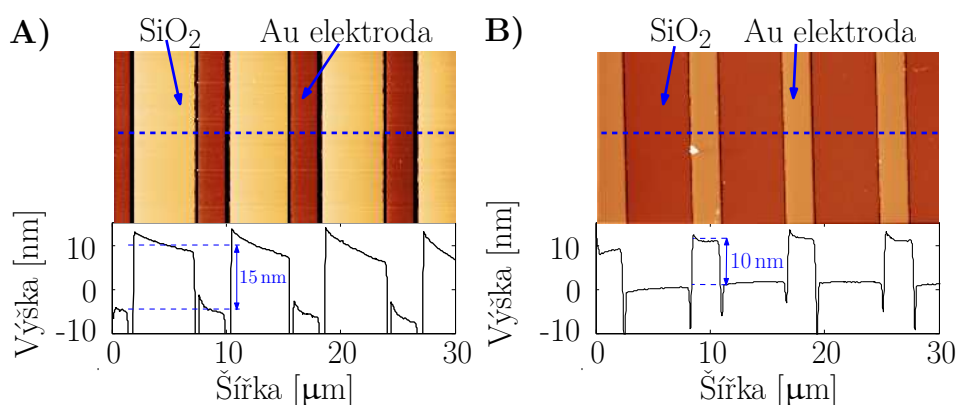
Na obrázku 4.3 je fotografie finální podoby zlatých struktur na podložním SiO_2 z optického mikroskopu s detailním pohledem na elektrody, mezi nimiž je mezera 10 a 20 μm . Pomocí AFM byla měřena topografie elektrod na vzorcích (snímky z AFM znázorněny na obrázku 4.4). Na snímcích je možné vidět, že u elektrod vzdálených 1 a 2 μm docházelo k částečnému ovlivnění vedlejších struktur elektronovým svazkem, což mělo za následek vytvoření nerovných hran rezistu a v důsledku toho i nerovných hran zlatých elektrod. Mezi elektrodami a oxidovou vrstvou vznikala mezera, která byla způsobena tím, že zlato je deponováno kolmo na vzorek a není schopné vyplnit místa stíněná vrstvou rezistu, kde docházelo k podleptání rezistu kyselinou fluorovodíkovou. Mezera mezi zlatou elektrodou a vrstvou SiO_2 se pohybovala v rozmezí 50 – 300 nm.

I přes kontrolu teploty při leptání oxidové vrstvy kyselinou fluorovodíkovou docházelo k různé rychlosti leptání SiO_2 pro jednotlivé vzorky, a docházelo tak k výrobě elektrod s různým zanořením do SiO_2 vrstvy. Na obrázku 4.5 A je znázorněn AFM snímek vzorku, kde byly elektrody zapuštěny do oxidové vrstvy. Vrstva zlata byla asi 15 nm pod úroveň povrchu oxidu. V několika případech docházelo i k tomu, že zlaté elektrody vyčnívaly nad oxidovou vrstvou (obr. 4.5 B) Zlaté struktury vyčnívaly do 10 nm nad oxidovou vrstvu. Z těchto výsledků plyne, že leptání pufrovanou kyselinou fluorovodíkovou 100 nm oxidové vrstvy mělo odchylku přibližně ± 15 nm.

Aby bylo možné na výslednou strukturu přivést externí napětí, byl křemíkový vzorek s elektrodami umístěn na tzv. expandér. Schéma uložení vzorku na expandéru je zobrazeno na obrázku 4.6. Vzorek byl přilepen tepelně odolným lepidlem do středu expandéru. Elektrody na vzorku byly poté přibondovány k vodivým spojům expandéru. Při nanášení stínící vrstvy oxidu křemičitého na vzorek s expandérem bylo

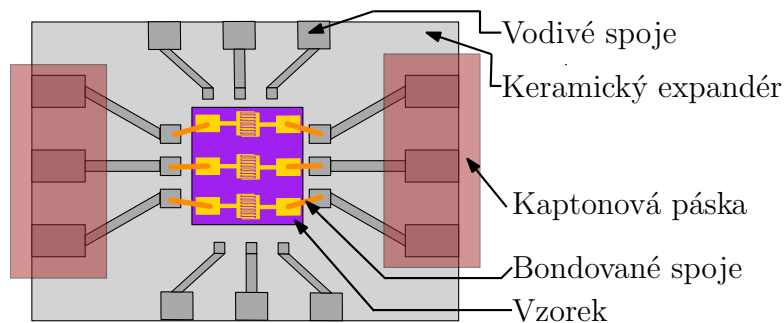


Obr. 4.4: Snímek s nerovnými elektrodami na SiO₂ vzdálených 1 a 2 μm od sebe.



Obr. 4.5: Snímek výškového rozdílu oxidové vrstvy a vrstvy zlata. Kde elektroda je zanořena 15 nm do oxidové vrstvy (A) a elektroda vyčnívá 10 nm nad vrstvu oxidu (B).

nutné přelepit vodivé spoje expandéru kaptonovou páskou, aby nedocházelo k pokrytí vodivých spojů oxidovou vrstvou (znázorněno na obr. 4.6). Na takto ošetřený vzorek byla poté nanášena vrstva oxidu křemičitého (metoda popsána v kap. 2.2). Po nanášení oxidové vrstvy byla kaptonová páska odstraněna a na vodivé spoje v místě kde byla páska, byly připájeny piny pro přivedení externího napětí na vzorek. Externí napětí bylo přivedeno dráty na expandér do komory AFM, kde na jednu stranu expandéru byl připojen kladný a na druhou záporný vodič.



Obr. 4.6: Schéma a popis expandéru před nanášením oxidové vrstvy.

4.2 Proces měření

V první fázi práce byly na expandér připojeny vodiče, kterými bylo možné přiložit externí napětí na vzorek z napěťového zdroje. Vodiče byly umístěny v zaizolovaném koaxiálním kabelu, kde první vodič byl připevněn na kladnou elektrodu zdroje a druhý vodič na zápornou elektrodu zdroje. Celý koaxiální kabel byl pak uzemněn pomocí zemnicí elektrody napěťového zdroje. Pokud byla měření provedena neodstíněným kabelem docházelo při měření k velkému šumu jak topografického tak KPFM signálu (metoda KPFM popsána v kap. 1). Pokud na vodiče nebylo přivedeno žádné napětí, fungovaly tyto vodiče jako zemnicí elektrody, díky čemuž bylo možné zkoumat potenciálový kontrast i bez přivedeného napětí na vodiče.

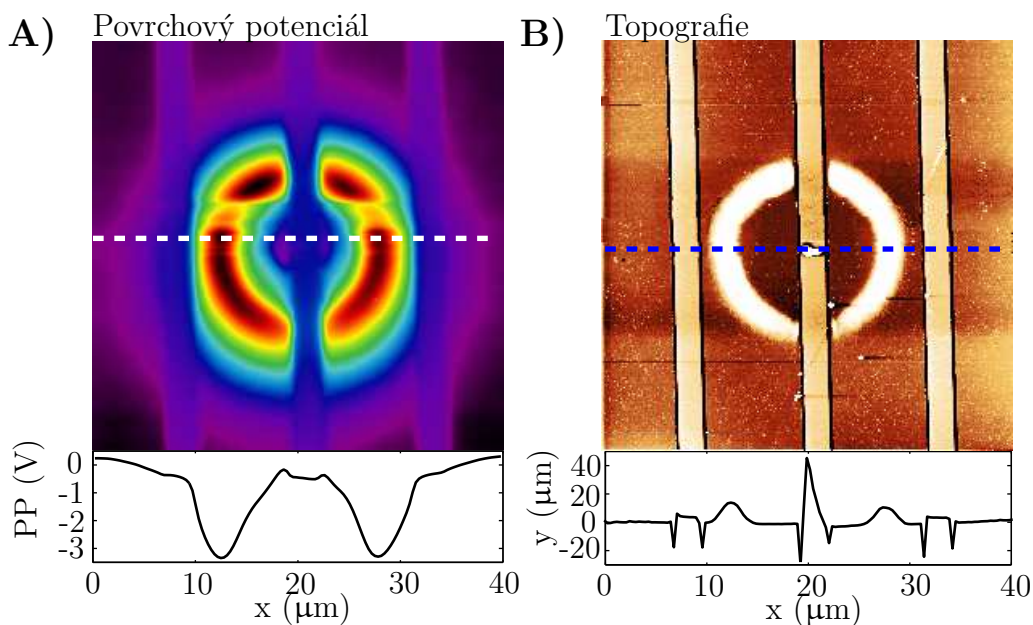
V optickém mikroskopu bylo nalezeno místo pro měření povrchového potenciálu nad elektrodami na vzorku vzdálenými 2, 6, 10, nebo 20 μm . V dalším kroku byla na mikroskop AFM umístěna komora pro regulaci vlhkosti. Poté byla relativní vlhkost v komoře snížena na 5 % a provedeno měření povrchového potenciálu KPFM metodou. V některých případech docházelo k tomu, že v blízkosti elektrod zůstával zbytkový náboj po připojení vodičů do expandéru, a proto bylo nutné v komoře zvýšit relativní vlhkost na hodnotu větší než 75 %, aby došlo k rychlému odvodu náboje z povrchu vzorku. Při změnách relativní vlhkosti bylo nutné odejmutí „Feedback“ hrotu, kde hrot odjede od povrchu o několik mikrometrů, aby nedocházelo k poničení hrotu vlivem vibrací způsobených proudem dusíku do komory.

Po tomto procesu bylo možné nastavení pracovní relativní vlhkosti. Měření byla prováděna při 5, 20, 40 a 60 % relativní vlhkosti. Po dosažení pracovní vlhkosti bylo nutné počkat alespoň 15 minut, aby došlo k ustálení algoritmu měnícímu relativní vlhkost v komoře a ustálení relativní vlhkosti v celé komoře. Okrajové hodnoty relativní vlhkosti (5 a 60 %) byly plně řízené algoritmem měnícím relativní vlhkost v komoře. U těchto hodnot po vyrovnání na požadovanou hodnotu nedocházelo ke kolísání relativní vlhkosti. U prostředních hodnot relativní vlhkosti (20 a 40 %) byla změna vlhkosti nejdříve provedena algoritmem na několik minut a následně během

měření KPFM byla hodnota relativní vlhkosti udržována manuálně. V dalším kroku byla provedena měření povrchového potenciálu stejné oblasti nad elektrodami:

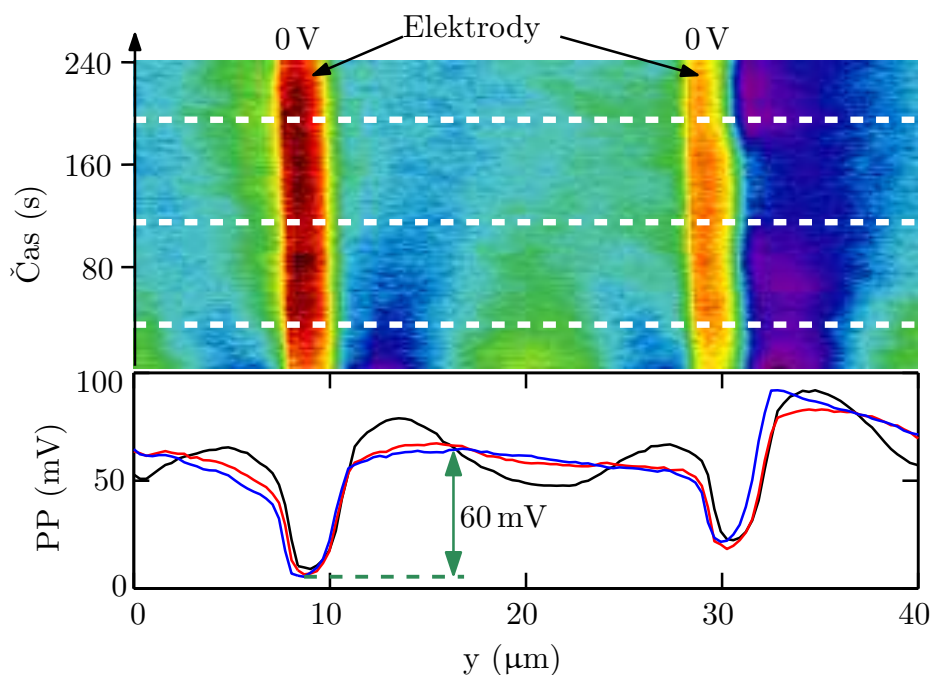
- bez přivedeného napětí (uzemnění elektrod)
- s přivedením napětí 1 V mezi elektrody (na kladné elektrodě bylo napětí +0,5 V a na záporné elektrodě napětí -0,5 V)
- opět bez přivedeného napětí na elektrody (uzemnění elektrod)

Napětí na elektrodách bylo neustále kontrolováno pomocí přiloženého voltmetru. Při změnách tohoto napětí bylo nutné vypínat „Feedback“ hrotu, aby nedocházelo k rychlému nakumulování náboje a poničení struktur pro měření. Na obrázku 4.7 je znázorněna změna povrchového potenciálu (A) a změna topografie (B) na struktuře, kde došlo k rychlému nakupení náboje. Mezikruží na topografickém snímku je vzniklé nahromaděním náboje v dané oblasti.



Obr. 4.7: Znázornění povrchového potenciálu (A) a topografie (B) místa, kde došlo k rychlému nakupení náboje.

Celková doba pořízení jednoho snímku KPFM byla 256 s, kde šířky jednotlivých KPFM snímků nad elektrodami vzdálenými 2, 6, 10 a 20 μm byly 20, 30, 40 a 40 μm . Z těchto snímků je pak možné vyčíst posun okraje náboje na oxidové vrstvě pokrývající elektrody (nabíjení oxidové vrstvy) a proces vybíjení oxidové vrstvy při uzemnění elektrod. Po dokončení těchto měření byla vlhkost v komoře zvýšena na 75 % pro odvedení případných pozůstatků náboje a nastavena další pracovní vlhkost.

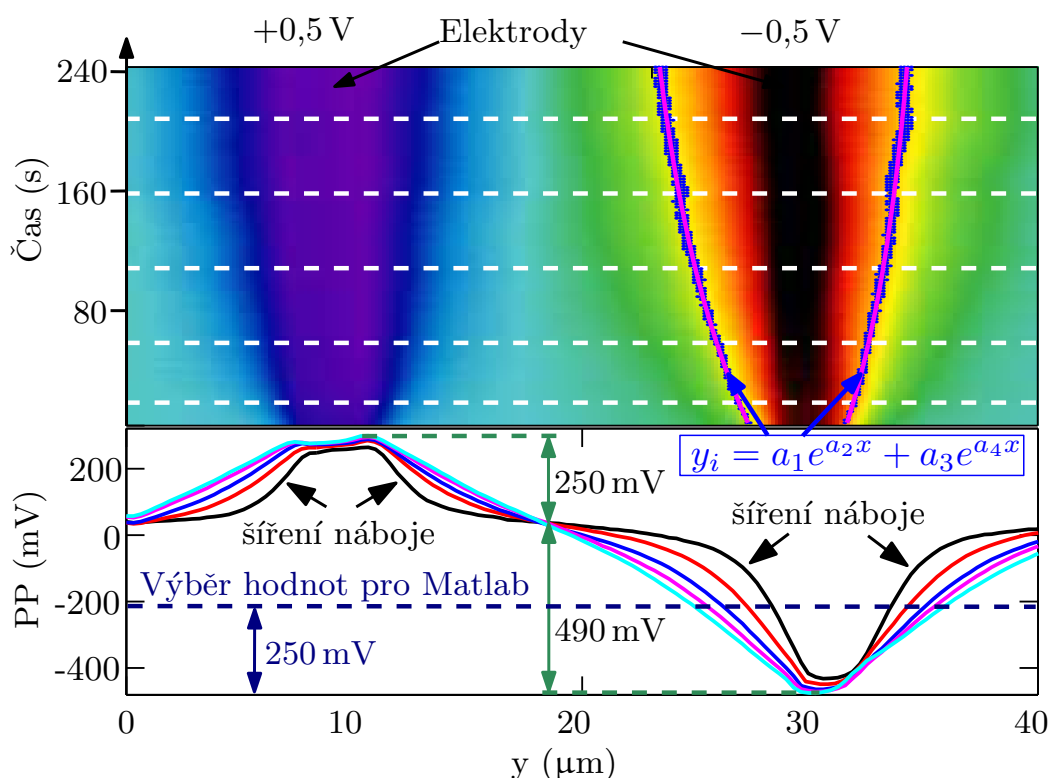


Obr. 4.8: Povrchový potenciál nad elektrodami (vzdálenými $20 \mu\text{m}$ od sebe) bez přiložení napětí na elektrody při 40 % relativní vlhkosti s 2 nm krycí oxidové vrstvy. Profily znázorňují hodnotu povrchového potenciálu po 40 s (černá), 120 s (červená) a 200 s (modrá) od začátku měření.

4.3 Modelová data měření

Pro modelovou ukázkou dat byly vybrány snímky vzorku s elektrodami vzdálenými $20 \mu\text{m}$ od sebe a s 2 nm krycí vrstvou oxidu křemičitého pořízené při relativní vlhkosti 40 %. Na obrázku 4.8 je znázorněno měření povrchového potenciálu před přikládáním napětí na elektrody. Na obrázku je vidět určitý rozdíl (v tomto případě 60 mV) mezi povrchovým potenciálem nad oblastí elektrod a nad oblastí oxidu. Tato hodnota potenciálového rozdílu se měnila s relativní vlhkostí a se vzdáleností elektrod. Velký výkyv těchto hodnot byl zaznamenán na elektrodách se vzdáleností $20 \mu\text{m}$ od sebe s krycí vrstvou oxidu 2 nm, kde hodnoty potenciálového rozdílu mezi oxidovou vrstvou a místem nad elektrodou pro vlhkosti 5, 20, 40 a 60 % byly 150, 100, 60 a 40 mV. Nad elektrodami s kratší vzdáleností nepřesahoval tento rozdíl hodnotu 60 mV. Tento rozdíl vždy klesal s rostoucí relativní vlhkostí. Na vzorcích s 5 nm a s 10 nm krycí vrstvy SiO_2 nepřesahoval potenciálový rozdíl hodnotu 50 mV při 5% vlhkosti a hodnotu 30 mV pro vlhkosti větší než 15 %. Dále jsou na obrázku 4.8 zobrazeny tři profily povrchového potenciálu (v časovém pořadí: černý, červený, modrý) v časech 40, 120 a 200 s od začátku měření. Z obrázku je patrné, že vrstva je stabilní a nedochází k výkyvům povrchového potenciálu, jen v počáteční fázi je

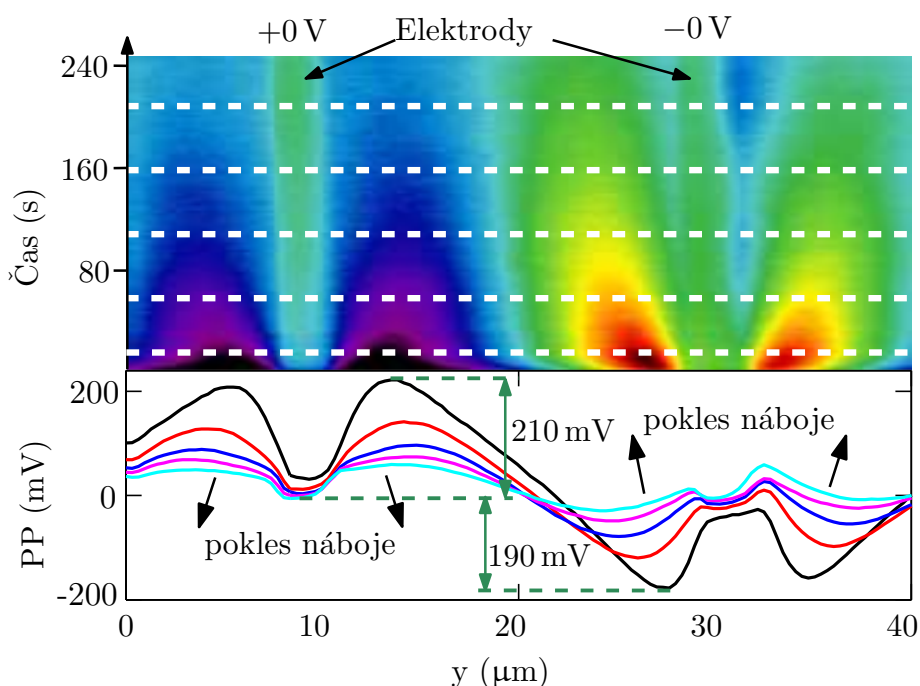
malý výkyv hodnot způsobený pravděpodobně vlivem hrotu při přiblížení ke vzorku. Tento výkyv byl však v průměru během 40 – 130 s vyrušen.



Obr. 4.9: Povrchový potenciál nad elektrodami (vzdálenými 20 μm) s přiloženým napětím 1 V na elektrody (+0,5 V na kladné a -0,5 V na záporné) při 40 % relativní vlhkosti. Znázorněné profily povrchového potenciálu jsou v časech 20 s (černá), 60 s (červená), 100 s (modrá), 160 s (purpurová) a 200 s (azurová) od přiložení napětí na elektrody.

Měření povrchového potenciálu na struktuře s přiloženým napětím je zobrazeno na obrázku 4.9. Z grafu na obrázku je patrné, že hodnota povrchového potenciálu nad elektrodami není symetrická podle středu mezi elektrodami. To je způsobeno právě vyšší hodnotou povrchového potenciálu nad elektrodami, než nad oxidovou vrstvou, jak bylo zmíněno výše. Absolutní rozdíl povrchového potenciálu nad kladnou a zápornou elektrodou (v tomto případě 740 mV) nevykazoval žádný průkazný vývoj hodnot v závislosti na relativní vlhkosti, šířce mezer mezi elektrodami, nebo na tloušťce oxidové vrstvy. Tento jev je pravděpodobně důsledkem nejednotnosti vzorků po jejich výrobě způsobené různou dobou umístění vzorků do ALD. Dalším důvodem této nejednotnosti oxidové vrstvy je časová prodleva mezi jednotlivými měřeními, tudíž době od posledního žíhání (měření Laboriante *et al.* [1] na obrázku 3.10, kap. 3.1.2). Vzorky nemohly být opětovně žíhány z důvodu pájených kontaktů na expandéru.

Po přiložení napětí na elektrody docházelo k postupnému šíření náboje od elektrod. Na obrázku 4.9 je znázorněno pět profilů povrchového potenciálu (v časovém pořadí: černý, červený, modrý, purpurový a azurový). Na začátku měření byl náboj jen v těsné blízkosti elektrod (černý profil) a postupně se přesouval tak, že v konečném stavu byla mezi elektrodami naměřena lineární změna povrchového potenciálu (azurový profil). Tento přesun náboje byl závislý na relativní vlhkosti a šířce elektrod. Další údaje o přesunu náboje a o rychlosti tohoto přesunu budou uvedeny níže.



Obr. 4.10: Povrchový potenciál nad elektrodami bezprostředně po snížení napětí mezi elektrodami na 0 V při 40 % relativní vlhkosti. Znázorněné profily povrchového potenciálu jsou v časech 20 s (černá), 60 s (červená), 100 s (modrá), 160 s (purpurová) a 200 s (azurová) od začátku měření.

Při opětovném uzemnění elektrod zůstával mezi elektrodami zbytkový náboj. Tento náboj byl postupně odváděn zemnicími elektrodami. Na obrázku 4.10 je znázorněn pokles náboje mezi zemnicími elektrodami (v časovém pořadí: černý, červený, modrý, purpurový a azurový profil). Vybíjení oxidové vrstvy mělo podobný charakter jako nabíjení, kde dominantní roli hrála relativní vlhkost. Rychlost vybíjení rostla s relativní vlhkostí.

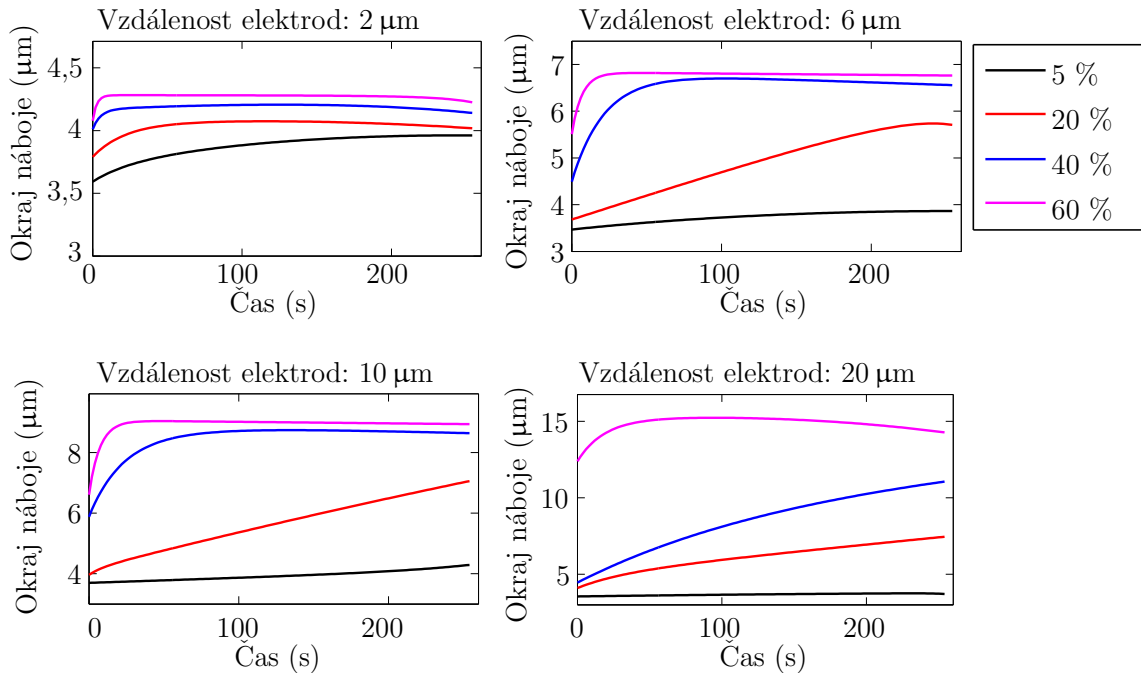
4.4 Nabíjení povrchu oxidu

Pro analýzu pohybu náboje a rychlosti nabíjení oxidové vrstvy byl vytvořen algoritmus ve výpočetním programu MATLAB [38]. Z měření povrchového potenciálu byly pro tuto analýzu vybrána data vzdálená 250 ± 20 mV od záporné elektrody (znázorněno na obr. 4.9). Tato data byla poté proložena exponenciálními funkcemi:

$$y_i = a_1 e^{a_2 x} + a_3 e^{a_4 x}, \quad (4.1)$$

kde a_i jsou konstanty exponenciálních funkcí, x je časový vývoj v sekundách a y_i je poloha okraje náboje s hodnotou 250 ± 20 mV od záporné elektrody. V dalším kroku byl vytvořen rozdíl hodnot z levé a pravé strany elektrody a tento rozdíl označen jako okraj náboje y (v grafech níže). Hodnota okraje náboje byla v dalším kroku algoritmu numericky derivována a zjištěna tak rychlost přesunu náboje v závislosti na čase (dy/dt).

4.4.1 Vrstva 2 nm oxidu křemičitého

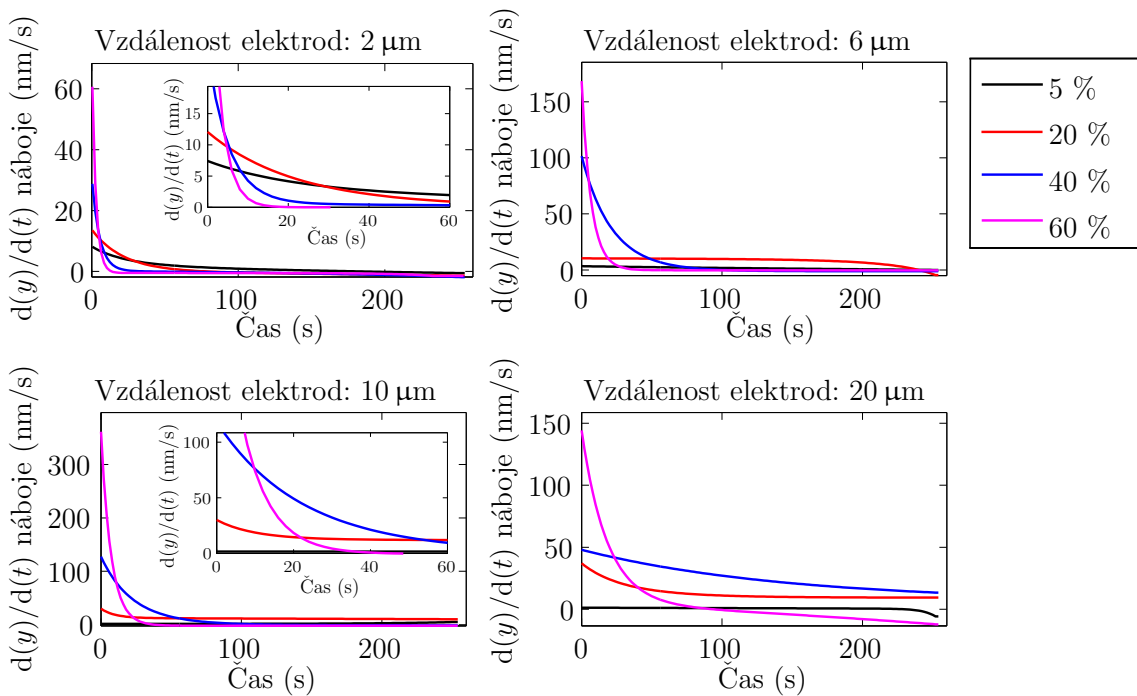


Obr. 4.11: Vývoj posunu okraje náboje nad 2 nm vysokou oxidovou vrstvou nad elektrodami v závislosti na čase pro relativní vlhkosti 5 %, 20 %, 40 % a 60 %.

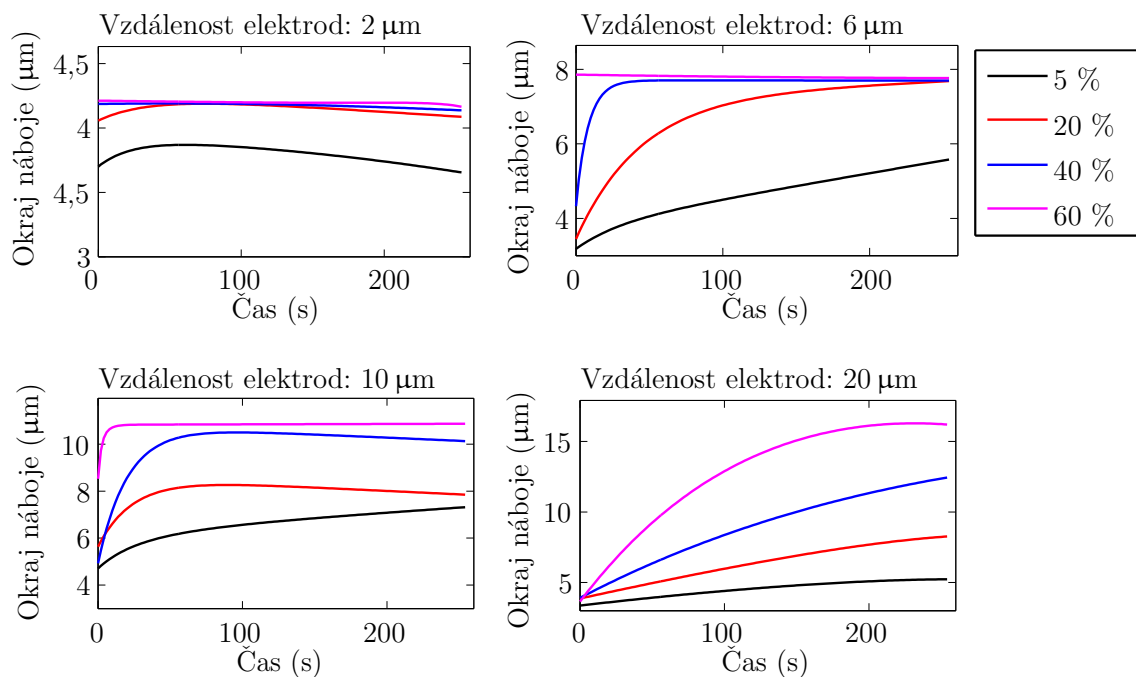
Na obrázku 4.11 jsou vyobrazeny vývoje přesunu okraje náboje a na obrázku 4.12 jsou znázorněny odpovídající rychlosti přesunu náboje nad elektrodami pokrytými

2 nm vrstvou SiO₂ a vzdálenými 2 až 20 μm. Maximální hodnota okraje náboje se zvyšovala s rostoucí vzdáleností elektrod. Tento jev je způsoben rostoucím prostorem pro rozšiřování náboje. Maximální hodnoty okraje náboje pro elektrody vzdálené 2, 6, 10 a 20 μm byly 4,2; 6,8; 9,1 a 13,8 μm. Přesun okraje náboje vykazoval exponenciální růst, zatímco rychlost přesunu náboje exponenciálně klesala.

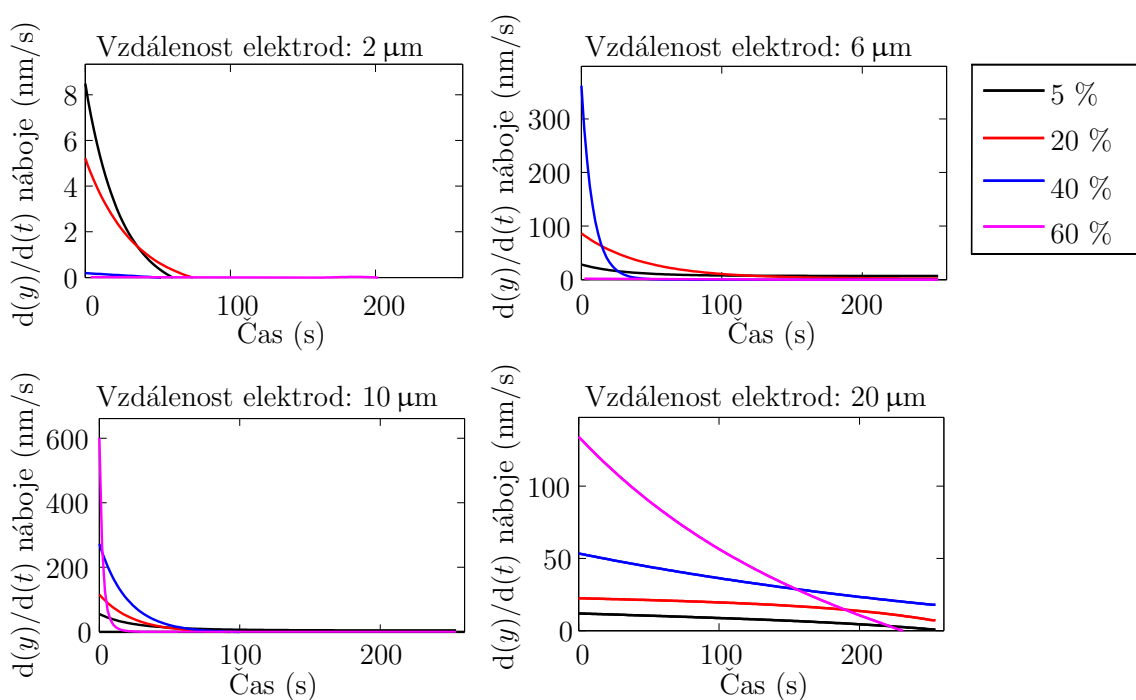
Při relativní vlhkosti 5 % téměř nedocházelo k žádnému přesunu náboje od elektrod a rychlost jeho přesunu na začátku měření byla ve všech případech menší než 7 nm/s. Při vyšších vlhkostech docházelo k rychlejšímu přesunu okraje náboje v závislosti na vlhkosti. Se zvyšující se rychlostí přesunu náboje se také zmenšovala doba, za kterou okraj náboje dosáhl maximální hodnoty. Tato doba $t_{\text{sirka, vlhkost}}$ je charakterizována poklesem rychlosti přesunu náboje na nulovou hodnotu. U elektrod vzdálených 2 μm byly tyto časy $t_{2,5\%} = 200$ s, $t_{2,20\%} = 65$ s, $t_{2,40\%} = 35$ s a $t_{2,60\%} = 18$ s. Pro elektrody vzdálené 6 μm byly tyto hodnoty $t_{6,20\%} = 240$ s, $t_{6,40\%} = 85$ s a $t_{6,60\%} = 32$ s. Pro elektrody vzdálené 10 μm byly časy $t_{10,40\%} = 120$ s a $t_{10,60\%} = 45$ s a pro elektrody vzdálené 20 μm byla $t_{20,60\%} = 65$ s. Neuváděné hodnoty časů byly větší než 256 s. Tyto hodnoty byly mimo rozsah měření.



Obr. 4.12: Rychlost přesunu okrajů náboje nad oxidovou vrstvou vysokou 2 nm v závislosti na čase pro relativní vlhkosti 5 %, 20 %, 40 % a 60 %.



Obr. 4.13: Vývoj posunu okraje náboje nad 10 nm vysokou oxidovou vrstvou nad elektrodami v závislosti na čase pro relativní vlhkosti 5 %, 20 %, 40 % a 60 %.



Obr. 4.14: Rychlost přesunu okrajů náboje nad oxidovou vrstvou vysokou 10 nm v závislosti na čase pro relativní vlhkosti 5 %, 20 %, 40 % a 60 %.

4.4.2 Vrstva 10 nm oxidu křemičitého

Na obrázcích 4.13 a 4.14 jsou znázorněny závislosti přesunu okraje náboje a rychlosti tohoto přesunu na 10 nm vrstvě SiO_2 v závislosti na relativní vlhkosti. Maximální hodnoty okraje náboje rostly se vzdáleností elektrod a byly 4,2; 7,8; 10,7 a 15,9 μm pro elektrody se vzdáleností 2, 6, 10 a 20 μm . Vzdálenost okraje náboje v tomto případě rostla i při relativní vlhkosti 5%. To mohlo být způsobeno zbytkovými molekulami vody zachycenými mezi vrstvou oxidu a elektrodou.

Při vlhkostech nad 15% se rychlost přesunu náboje ve většině případů radikálně nelišila od hodnot měřených na 2 nm SiO_2 . Rychlost přesunu náboje rostla s relativní vlhkostí pro všechny vzdálenosti elektrod.

Doby zastavení posunu okraje náboje pro elektrody vzdálené 2 μm byly $t_{2,5\%} = 60$ s, $t_{2,20\%} = 80$ s, $t_{2,40\%} < 2$ s a $t_{2,60\%} < 2$ s. Pro elektrody vzdálené 6 μm byly tyto časy $t_{6,20\%} = 240$ s, $t_{6,40\%} = 48$ s a $t_{6,60\%} < 2$ s. Pro elektrody vzdálené 10 μm byly $t_{10,40\%} = 75$ s a $t_{10,60\%} = 15$ s a pro elektrody vzdálené 20 μm byla hodnota zastavení posunu náboje $t_{20,60\%} = 230$ s. Hodnoty povrchového potenciálu začaly být měřeny přibližně 2 s po přivedení napětí. Tato prodleva je způsobena dobou nutnou ke změně napětí a spuštění KPFM měření.

ZÁVĚR

Cílem této diplomové práce bylo experimentální studium stínícího efektu oxidové izolační vrstvy na povrchový potenciál. Za účelem měření povrchového potenciálu byly vyrobeny Au/SiO₂ struktury pomocí elektronové litografie, plazmového leptání a depozice naprašováním multivrstev Au. Na těchto strukturách byl optimalizován proces čištění, leptání, elektronové litografie a depozice tak, aby byly zlaté struktury zapuštěny do oxidové vrstvy. Ideální expoziční dávky při elektronové litografii byly 330 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ pro svazek s proudem 2 nA a 600 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ pro svazek s proudem 130 nA. Výroba vzorků nebyla zcela dokonalá a v některých případech vyrobené elektrody vyčnívaly až 15 nm nad oxidovou vrstvou. Vzdálenosti elektrod na zhotovených strukturách byly 2, 6, 10, nebo 20 μm a jejich šířka byla 3 μm .

V další části bylo provedeno studium stínícího efektu izolační vrstvy na povrchový potenciál Kelvinovým silovým mikroskopem. Byla provedena měření šíření náboje na povrchu oxidových struktur v závislosti na relativní vlhkosti 5, 20, 40 a 60 %. Tyto závislosti byly měřeny bez přiloženého napětí na elektrody, s přiloženým napětím 1 V na elektrody a po odejmutí napětí z elektrod.

Bez přiloženého napětí na elektrody rostl rozdíl povrchového potenciálu nad elektrodami a nad oxidovou vrstvou s rostoucí vzdáleností elektrod, s klesající relativní vlhkostí a s klesající tloušťkou oxidové vrstvy. Největší rozdíly povrchového potenciálu byly u elektrod vzdálených 20 μm pokrytých 2 nm SiO₂, a to 150, 100, 60 a 40 mV pro relativní vlhkosti 5, 20, 40 a 60 %. U menších vzdáleností elektrod nepřesahoval rozdíl 60 mV a při větší tloušťce oxidové vrstvy nebyl tento rozdíl větší než 50 mV nad všemi elektrodami.

Při přiložení napětí na elektrody docházelo k přesunu hranice v mapě povrchového potenciálu odpovídajícího dané hodnotě na povrchu elektrod. Přesun náboje vykazoval růst s exponenciálním útlumem. Při 5 % relativní vlhkosti téměř nedocházelo k přesunu okraje náboje mezi elektrodami. Při vyšších vlhkostech docházelo k přesunu náboje do dosažení maximálních hodnot okraje náboje, které byly na 2 nm vysoké oxidové vrstvě 4,2; 6,8; 9,1 a 13,8 μm pro vzdálenosti elektrod 2, 6, 10 a 20 μm a na 10 nm vysoké oxidové vrstvě 4,2; 7,8; 10,7 a 15,9 μm pro vzdálenosti elektrod 2, 6, 10 a 20 μm .

Rychlost přesunu náboje na povrchu oxidu se zvětšovala se vzdáleností elektrod (menší omezení přesunu náboje vedlejší elektrodou) a s relativní vlhkostí. Na vrstvě 2 nm SiO₂ byla počáteční rychlost přesunu náboje v průměru přibližně 3× větší při 40 % relativní vlhkosti a 9× větší při 60 % relativní vlhkosti oproti rychlosti přesunu náboje při 20 % relativní vlhkosti. Na vrstvě 10 nm SiO₂ byly tyto rychlosti přibližně 2×, 4× a 10× větší při relativních vlhkostech 20, 40 a 60 % než při 5 % relativní vlhkosti.

V souvislosti s rychlostí přesunu náboje byla zkoumána doba dosažení maximální hodnoty okraje náboje, charakterizovaná snížením rychlosti přesunu náboje na nulovou hodnotu. Tato doba se zvyšovala se vzdáleností elektrod a klesala s relativní vlhkostí. Pro elektrody vzdálené $2\ \mu\text{m}$ na vrstvě SiO_2 vysoké $2\ \text{nm}$ byly časy dosažení maximální hodnoty $t_{2;5\%} = 200\ \text{s}$, $t_{2;20\%} = 65\ \text{s}$, $t_{2;40\%} = 35\ \text{s}$ a $t_{2;60\%} = 18\ \text{s}$ a na vrstvě SiO_2 vysoké $10\ \text{nm}$ byly tyto časy $t_{2;5\%} = 60\ \text{s}$, $t_{2;20\%} = 80\ \text{s}$, $t_{2;40\%} < 2\ \text{s}$ a $t_{2;60\%} < 2\ \text{s}$. Pro elektrody vzdálené $6\ \mu\text{m}$ na vrstvě SiO_2 vysoké $10\ \text{nm}$ byly časy dosažení maximální hodnoty $t_{6;20\%} = 240\ \text{s}$, $t_{6;40\%} = 85\ \text{s}$ a $t_{6;60\%} = 32\ \text{s}$ a na vrstvě SiO_2 vysoké $10\ \text{nm}$ byly tyto časy $t_{6;20\%} = 240\ \text{s}$, $t_{6;40\%} = 48\ \text{s}$ a $t_{6;60\%} < 2\ \text{s}$.

Výsledky této práce a zjištění, která se týkají přesunu náboje na povrchu oxidů mohou být nápomocné při zkoumání vlastností MOSFET polem řízených tranzistorů, solárních článků, Hall bar sensorů a sensorů na bázi grafenových struktur. Dále mohou tyto výsledky pomoci k určení efektivní šířky vodičů a rychlosti odezvy v těchto zařízeních, případně umožnit miniaturizaci těchto zařízení.

LITERATURA

- [1] LABORIANTE, I., N. FARROKHZAD, M. FISCH, M. SHAVEZIPUR, C. CARRARO, R. MABOUDIAN, Q. BAI, M. LIU, S. HOEN. Charging and Discharging Behavior in Dielectric-coated MEMS Electrodes Probed by Kelvin Probe Force Microscopy. *Journal of Micromechanics and Microengineering*. 2012, **22(6)**, 065031. DOI: 10.1088/0960-1317/22/6/065031.
- [2] CASTAGNE, R., P. HESTO, A. VAPAILLE. Surface Conductivity of the Insulator of an MIS or MIM Device. *Thin Solid Films*. 1973, **17**, 253-264.
- [3] ZHANG, Y., D. ZIEGLER a M. SALMERON. Charge Trapping States at the SiO₂ –Oligothiophene Monolayer Interface in Field Effect Transistors Studied by Kelvin Probe Force Microscopy. *ACS Nano*. 2013, **7(9)**, 8258-8265. DOI: 10.1021/nm403750h.
- [4] HSUGIMURA, H., Y. ISHIDA, K. HAYASHI, O. TAKAI a N. NAKAGIRI. Potential Shielding by the Surface Water Layer in Kelvin Probe Force Microscopy. *Applied Physics Letters*. 2002, **80(8)**, 1459. DOI: 10.1063/1.1455145.
- [5] NAKAGIRI, N., H. SUGIMURA, Y. ISHIDA, K. HAYASHI a O. TAKAI. Effects of an Adsorbed Water Layer and Self-assembled Organosilane Monolayers on Scanning Probe Microscopy of Silicon pn Structures. *Surface Science*. 2003, **532-535**, 999-1003. DOI: 10.1016/s0039-6028(03)00456-4.
- [6] MELITZ, W., J. SHEN, A. C. KUMMEL, S. LEE. Kelvin Probe Force Microscopy and its Application. *Surface Science Reports*. 2011, **66**, 1-27.
- [7] NONNENMACHER, M., M. P. O'BOYLE, H. K. WICKRAMASINGHE. Kelvin Probe Force Microscopy. *Applied Physics Letters*. 1991, **58(25)**, 2921–2923. DOI: 10.1063/1.105227.
- [8] BINNIG, G., H. ROHRET, C. GERBER., E. WEIBEL. Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy. *Physical Review Letters*. 1982, **49(1)**. DOI: 10.1103/PhysRevLett.49.57.
- [9] BINNIG, G., C. F. QUATE, C. GERBER. Atomic Force Microscope. *Physical Review Letters*. 1986, **56(9)**, 930–933. DOI:10.1103/PhysRevLett.56.930.
- [10] KITTEL, Ch. *Úvod do fyziky pevných látek*. 1. vyd. Praha: Academia, 1985, 598 s.
- [11] BARTOŠÍK, M. *Aplikace AFM v nanotechnologiích*. Dizertační práce, FSI VUT v Brně, Ústav fyzikálního inženýrství, 2008.

- [12] YANG, S. H., M. NOSOVSKY, H. ZHANG, K. CHUNG. Nanoscale Water Capillary Bridges Under Deeply Negative Pressure. *Chemical Physics Letters*. 2004, **451**, 88-92.
- [13] XUDONG, X., L. QIAN. Investigation of Humidity-Dependent Capillary Force. *Langmuir*. 2000, **16**, 8153-8158.
- [14] MIRONOV, V. L. *Fundamentals of Scanning Probe Microscopy*. The Russian Academy of Sciences, Nizhny Novgorod, 2004.
- [15] YAN, M. *Electric Field Detection by Electrostatic Force Microscopy for Clocking Quantum-Dot Cellular Automata Molecules*. Dissertation, University of Notre Dame, 2006.
- [16] SADEWASSER, S., T. GLATZEL Kelvin Probe Force Microscopy: Measuring and Compensating Electrostatic Forces. *Springer series in surface sciences*. 2012, **48**, 331 s. ISBN 978-3-642-22565-9.
- [17] KOPANSKI, J. J. Scanning Capacitance Microscopy for Electrical Characterization of Semiconductors and Dielectrics. *Springer*. 2012, **78**, 88-112.
- [18] NT-MDT [online]. [cit. 2015-03-15]. Dostupný z WWW: <http://www.ntmdt.com/spm-principles/view/scanning-capacitance-microscopy>.
- [19] NT-MDT [online]. [cit. 2015-03-15]. Dostupný z WWW: <http://www.ntmdt.com/modular-afm/prima>.
- [20] NEZVAL, D. *Návrh a testování algoritmu pro regulaci relativní vlhkosti v komoře mikroskopu AFM*. Bakalářská práce, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 35 s.
- [21] ŠVARC, V. *Studium tvorby vodního menisku mezi hrotem AFM a povrchem NaCl*. Bakalářská práce, Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 40 s.
- [22] URBÁNEK, M. *Reliéfní struktury připravené pomocí elektronové litografie*. Dizertační práce, Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta, Ústav fyzikální elektroniky, Brno 1967.
- [23] Tescan [online]. [cit. 2015-04-16]. Dostupný z WWW: <http://www.tescan.com/en/products/lyra-fib-fesem/lyra3-xm>.
- [24] JONSON, R. W., A. HULTQVIST, S. F. BENT. A brief review of atomic layer deposition: From fundamentals to applications. *Materials Today*. 2014, **17(5)**, 236–246. DOI:10.1016/j.mattod.2014.04.026.

- [25] Ceitec [online]. [cit. 2015-05-07]. Dostupný z WWW: <http://cfnano.ceitec.cz/instrument.php?id=7>.
- [26] DIENER ELECTRONIC *Plasma Technology*. 1. vyd. Nagold: DIENER electronic GmbH + Co. KG, 2007, 80 s.
- [27] Ceitec [online]. [cit. 2015-05-07]. Dostupný z WWW: <http://cfnano.ceitec.cz/instrument.php?id=6>.
- [28] KOOL, E. *The Surface Properties of Oxidized Silicon*. Eindhoven: Philips Technical Library, 1967, 144 p.
- [29] EL-KAREH, B. *Fundamentals of Semiconductor Processing Technologies*. Boston: Kluwer Academic Publishers, 1995, 17, 599 s. ISBN 0792395344.
- [30] HO, P., K. LEHOVEC, L. FEDOTOWSKY. Charge Motion on Silicon Oxide Surfaces. *Surface Science*. 1967, **6(4)**, 440-460. DOI:10.1016/0039-6028(67)90101-X.
- [31] HEDBORG, E., F. WINQUIST, H. SUNDGREN, I. LUNDSTROM. Charge Migration on Hydrophobic and Hydrophilic Silicon Dioxide. *Thin Solid Films*. 1999, **340**, 250-256.
- [32] VERDAGUER, A., M. CARDELLACH, J. J. SEGURA., G. M. SACHA, J. MOSER, M. ZDROJEK, A. BACHTOLD, J. FRASEDAS. Charging and Discharging of Graphene in Ambient Conditions Studied with Scanning Probe Microscopy. *Applied Physics Letters*. 2009, **94**, 233105. DOI:10.1063/1.3149770.
- [33] SHEN, Y., X. ZHANG, Y. WANG, X. ZHOU, J. HU. Charge Transfer Between Reduced Graphene Oxide Sheets on Insulating Substrates. *Applied Physics Letters*. 2013, **103(5)**, 053107. DOI:10.1063/1.4817252.
- [34] KONEČNÝ, M. Bude publikováno: *Aplikace KPFM v nanotechnologiích*. Dizertační práce, FSI VUT v Brně, Ústav fyzikálního inženýrství, 20??.
- [35] ZAGHLOUL, U., B. BHUSHAN, G. PAPAIOANNOU, G. COCCETTI, P. PONS, R. PLANA. Nanotribology-based Novel Characterization Techniques for the Dielectric Charging Failure Mechanism in Electrostatically Actuated NEMS/MEMS Devices Using Force-distance Curve Measurements. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2012, **365(1)**, 236–253. DOI:10.1016/j.jcis.2011.08.005.

- [36] ZAGHLOUL, U., G. PAPAIOANNOU, B. BHUSHAN, G. COCCETTI, P. PONS, R. PLANA. On the Reliability of Electrostatic NEMS/MEMS Devices: Review of Present Knowledge on the Dielectric Charging and Stiction Failure Mechanisms and Novel Characterization Methodologies. *Microelectronics Reliability*. 2011, **51(9-11)**, 1810–1818. DOI:10.1016/j.microrel.2011.07.081.
- [37] GENERAL CHEMICAL CORPORATION. *Technical Data:BOE® Buffered Oxide Etchants*. Parsippany, NJ 07054: General Chemical Corporation, 2000, 8 s.
- [38] MATLAB [online]. Natick, Massachusetts: The MathWorks, Inc., 1994-2015 [cit. 2015-04-18]. Dostupný z WWW: <<http://www.mathworks.com/products/matlab/index-b.html>>.

SEZNAM ZKRATEK

KPFM *Kelvin Probe Force Microscopy*, Kelvinova silová mikroskopie

AFM *Atomic Force Microscopy*, Mikroskop atomárních sil

MIM *Metal-insulator-metal*, Kov-izolátor-kov struktura

MIS *Metal-insulator-semiconductor*, Kov-izolátor-polovodič struktura

MOS *Metal-oxide-semiconductor*, Kov-oxid-polovodič struktura

FET *Field-effect transistor*, Polem řízený tranzistor

MOSFET *Metal-oxide-semiconductor field-effect transistor*, Kov-oxid-polovodič polem řízený tranzistor

MEMS *Micro-Electro-Mechanical Systems*, Mikroelektromechanický systém

EFM *Electrostatic Force Microscopy*, Mikroskopie elektrostatických sil

SCM *Scanning Capacitance Microscopy*, Skenovací kapacitní mikroskopie

MFM *Magnetic Force Microscopy*, Mikroskopie magnetických sil

SNOM *Scanning Near-field Optical Microscopy*, Rastrovací mikroskopie blízkého pole

SPFM *Scanning Polarization Force Microscopy*, Rastrovací polarizační silový mikroskop

SEM *Scanning Electron Microscopy*, Rastrovací elektronový mikroskop

EBL *Electron Beam Lithography*, Elektronová litografie

FIB *Focus Ion Beam*, Fokusovaný iontový svazek

rGO *Reduced Graphene Oxide*, Redukovaný grafen oxid

IPA *IsoPropyl Alcohol*, Izopropylalkohol

MIBK *Methyl IsoButyl Ketone*, Methylisobuthylketon

PMMA *Poly Methyl MethAcrylate*, Polymethylmethakrylát