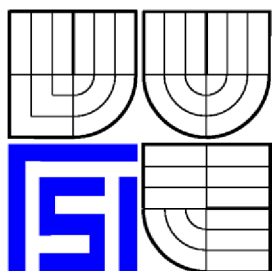


**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**  
**ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

**FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING**  
**PHYSICAL ENGINEERING INSTITUTE**

**TESTOVANIE PROTOTYPU UHV RASTROVACIEHO  
ELEKTRÓNOVÉHO MIKROSKOPU A KONŠTRUKCIA  
JEHO EFÚZNEJ CELY.**

**TESTING OF THE NEW UHV SCANNING ELECTRON  
MICROSCOPE AND DESIGN OF IT'S EFFUSION CELL**

**BAKALÁRSKA PRÁCA**  
BACHELOR'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**  
AUTHOR

**RUDOLF ŠÁRKÖZI**

**VEDOUCÍ PRÁCE**  
SUPERVISOR

**Ing. PETR BÁBOR, Ph.D.**

BRNO 2015

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojní ho inženýrství  
Ústav fyzikálního inženýrství  
Akademický rok : 2014/2015

## **ZADANÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE**

student(ka): Rudolf Šárkőzi  
který/která studuje v **bakalářském studijním programu**  
obor: **Fyzikální inženýrství a nanotechnologie**

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:

### **Testování prototypu UHV rastrovacího elektronového mikroskopu a konstrukce jeho efuzní cely.**

V anglickém jazyce:

### **Testing of the new UHV scanning electron microscope and design of it's effusion cell**

Stručná charakteristika problému úlohy:

V současné době Ústav fyzikálního inženýrství a firma Tescan vyvíjí ultravakuový rastrovací elektronový mikroskop (UHV SEM). Byla navržena UHV komora a modifikován nízkovakuový elektronový tubus pro práci v UHV. Je třeba provést oživení vakuových částí mikroskopu a jeho elektronového tubusu a provést první testovací měření. Následně budou do elektronového tubusu instalovány efuzní cely pro depozici různých materiálů a tvorbě nanostruktur. Mikroskop bude obsahovat efuzní cely vyvinuté na ÚFI. Ty však umožňují depozici z dolních přírub komory a to vede k omezení pozorovacího úhlu mikroskopu. Pro rozšíření depozičních a pozorovacích možností mikroskopu během depozice je třeba navrhnout efuzní celu pro instalaci do horních přírub UHV komory.

Cíle bakalářské práce:

1. Proved'te rešeršní studii možností tvorby a analýzy nanostruktur v dostupných UHV analytických zařízeních obsahujících skenovací elektronový mikroskop.
2. Podílejte se na oživení vakuového systému mikroskopu včetně elektronového tubusu a proved'te testovací měření.
3. Proved'te konstrukci efuzní cely pro depozici materiálů z taveniny, tak aby bylo možné tuto celu instalovat na horní přírubu UHV komory elektronového mikroskopu.

Seznam odborné literatury:

- 1) Cui, Z., Nanofabrication, Principles, Capabilities and Limits, Springer (2008)
- 2) Reimer, L., Scanning Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer (1998)
- 3) O'Hanlon, J., F., A Users's Guide to Vacuum Technology, Wiley-Interscience (2003)

Vedoucí bakalářské práce : Ing.Petr Bábor Ph.D

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2013/2014.

V Brně, dne 24.10.2013

L.S.

---

Prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.  
ředitel ústavu

---

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

## **Abstrakt:**

Táto práca sa zaoberá vývojom a návrhom efúznej cely umožňujúcej depozíciu rôznych materiálov smerom nadol. Cella bude umiestnená v ultravákuovom elektrónovom mikroskope (UHV-SEM) vyvíjanom vo firme TESCAN v spolupráci s Ústavom fyzikálneho inžinierstva. Teoretická časť práce sa venuje okrem popisu elektrónového mikroskopu aj jeho ďalším častiam, ktoré budú používané pre prípravu a analýzu nanoštruktúr. Súčasťou práce sú taktiež prvé merania elektrónovým mikroskopom, ich cieľom bolo stanovenie vplyvu vibrácií na zobrazovanie.

## **Kľúčové slová:**

UHV komora, skenovací elektrónový mikroskop, fokusovaný iónový zväzok, efúzna cely, kalíšok, depozícia, nanoštruktúry.

## **Abstract:**

This work focus on the development and the design of the effusion cell that is able to deposit different materials in downward orientation. The Cell itself should be placed into the ultra-vacuum microscope (UHV-SEM) developed in TESCAN company in the collaboration with Institute of Physical Engineering. Theoretical part is devoted to the description of the electron microscope and its, in the future installed, parts, which will be used for the preparation and the analysis of the nanostructures. In this work, the first measurements with the electron microscope are presented, and the influence of mechanical vibrations to image quality is discussed.

## **Keywords:**

UHV chamber, scanning electron microscopy, focused ion beam, effusion cell, crucible, deposition, nanostructures.

## **Bibliografická citácia:**

ŠÁRKÖZI, R. *Testování prototypu UHV rastrovacího elektronového mikroskopu a konstrukce jeho efúzní cely*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 40 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Petr Bátor, Ph.D.



**Prehlásenie:**

Prehlasujem, že som bakalársku prácu na téma **Testovanie prototypu UHV rastrovacieho elektrónového mikroskopu a konštrukcia jeho efúznej cely** vypracoval samostatne s použitím odbornej literatúry a prameňov uvedených v zozname, ktorý tvorí prílohu k tejto práci.

---

Dátum

---

Rudolf Šárközi

## **Pod'akovanie**

V prvom rade sa chcem poďakovať môjmu vedúcemu, Ing. Petrovi Báborovi Ph.D., za jeho odborné rady a nápady, ktoré nás posunuli vpred, tak aj za jeho ústretový prístup. Ďakujem aj ľuďom z Ústavu fyzikálneho inžinierstva, že mi umožnili prístup do laboratória a k jeho vybaveniu. Moja vďaka patrí taktiež Ing. Michalovi Páleníčkovi a Ing. Miroslavovi Rudolfovi, bývalým študentom VUT a terajším zamestnancom TESCANU, ktorý pracujú na projekte UHV-SEM mikroskopu. Vďačný som im za poskytnutý popis zariadenia, pomoc pri meraní, a vôbec, za možnosť podieľať sa na tomto projekte. Obzvlášť ďakujem Ing. Michalovi Páleníčkovi za sprostredkovanie stáže vo firme TESCAN.

# Obsah

1	Úvod .....	1
2	Zariadenie UHV-SEM firmy TESCAN .....	3
2.1	Základný popis.....	3
2.2	Problematika UHV .....	4
2.3	Čerpanie UHV-SEM.....	5
2.4	Meranie tlaku v UHV-SEM.....	8
2.5	Zoznam predpokladaných zariadení v aparátúre .....	8
2.6	Aplikácie UHV-SEM mikroskopu.....	9
2.7	Testovanie UHV-SEM – vplyv vibrácií na obraz.....	9
3	Analýza nanoštruktúr v UHV-SEM .....	13
3.1	Skenovací elektrónový mikroskop.....	14
3.2	Energiovo disperzná spektroskopia .....	16
3.3	Spektroskopia augerovských elektrónov .....	17
3.4	Fokusovaný iónový zväzok .....	17
4	Tvorba nanoštruktúr v UHV-SEM .....	21
4.1	Tvorba štruktúr pomocou FIB .....	21
4.2	Tvorba štruktúr pomocou fyzikálnej depozície z plynnej fáze.....	23
4.3	Návrh efúznej cely pre UHV-SEM.....	26
4.3.1	Testovacia depozícia.....	32
4.3.2	Výpočet maximálneho toku častíc z kalíšku .....	32
4.3.3	Návrh efúznej cely 3D model .....	34
5	Záver.....	37



# 1 Úvod

Odvetvie nanomateriálov zaznamenalo v poslednom polstoročí rýchly pokrok. Zlepšovanie a modernizácia techník na tvorbu nanoštruktúr, spolu so zlepšením vákuovej techniky, sprístupnili tento proces mnohým výskumným centrám. No aj pri takto rýchlom pokroku ostáva enormné množstvo procesov, týkajúcich sa prejavov hmoty v nanomerítke, nepochopených. Pozorovanie dejov v reálnom čase by značne pomohlo poodhaliť mnohé nejasnosti, spojené s tvorbou nanomateriálov. Práve takúto možnosť by malo poskytovať pripravované UHV-SEM zariadenie (Ultra High Vacuum-Scanning Electron Microscope), ktorého sa moja práca týka. Toto zariadenie by malo disponovať veľkým množstvom techník na tvorbu a analýzu nanoštruktúr.

V tejto práci sa preto venujem predstaveniu UHV-SEM zariadenia (kapitola 2), možnostiam analýzy (kapitola 3) a príprave nanoštruktúr (kapitola 4) pomocou metód, ktoré budú súčasťou tohto zariadenia zo všeobecného hľadiska. Na konci kapitoly 2 je testovanie vplyvu vibrácie na výslednú kvalitu obrazu. Posledná časť práce je zameraná na návrh efúznej cely, dôležitého zariadenia v oblasti tvorby nanoštruktúr. V dnešnej dobe je k dispozícii viacero typov ciel pre rôzne druhy aplikácií, avšak takmer žiaden typ neumožňuje depozíciu smerom nadol. Táto práca sa zaoberá práve takýmto typom efúznej cely, umožňujúcej depozíciu smerom nadol. Súčasťou je aj návrh a testy jadra efúznej cely, originálneho kalíšku umožňujúceho takýto typ depozície. Depozícia smerom nadol umožňuje sledovať vytváranie nanoštruktúr kolmo k povrchu vzorku v reálnom čase pomocou UHV-SEM. Táto možnosť by mohla odhaliť mnoho zákonitostí, súvisiacich s tvorbou nanoštruktúr pomocou fyzikálnej depozície z plynnej fáze.



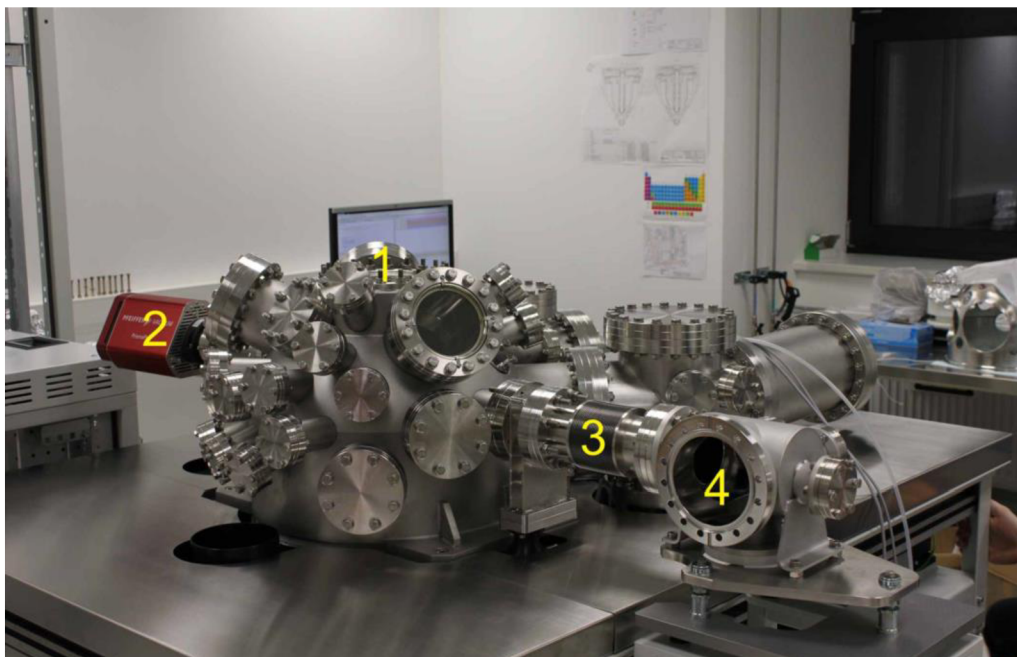
## 2 Zariadenie UHV-SEM firmy TESCAN

Na začiatku projektu vývoja UHV-SEM zariadenia, v spolupráci s firmou TESCAN, stála požiadavka vytvoriť ultravákuovú verziu systému, spájajúceho rastrovací elektrónový mikroskop a rastrovací sondový mikroskop SEM/SPM. Po zvážení aktuálnych trendov v oblasti UHV analytických aparátúr, sa začalo obdobie navrhovania 3D modelu usporiadania komory a umiestnenia jednotlivých detektorov vrátane ich špecifikácií a funkcií. Návrh pozostával z komory vákuového systému a odpruženého stolu, ktorý nesie celú aparatúru.

Koncom roka 2014, po dodaní všetkých potrebných komponentov do spoločnosti TESCAN, sa začalo so zostavovaním komory, pri ktorom som sa aktívne podieľal spolu s vedúcim a dvoma zamestnancami, Michalom Páleníčkom a Miroslavom Rudolfom. V nasledujúcej kapitole je predstavené spomínané UHV-SEM zariadenie.

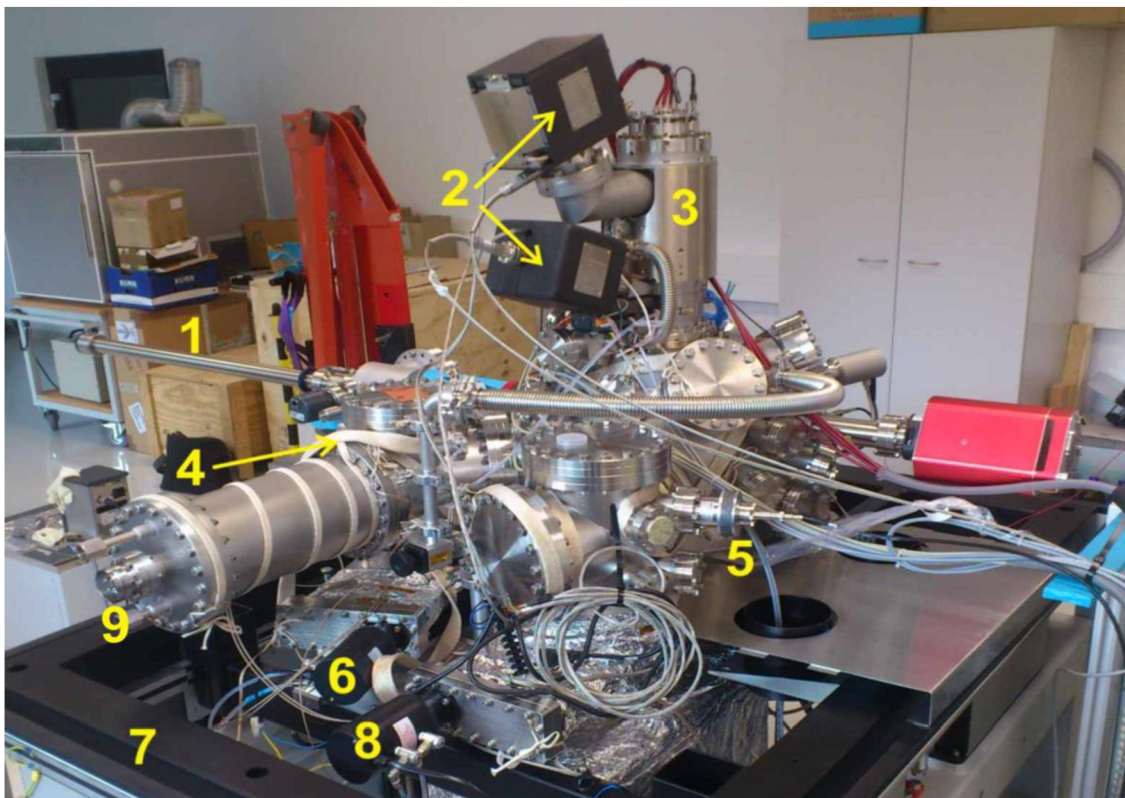
### 2.1 Základný popis

Hlavná komora má sférický tvar s veľkým množstvom prírub určených pre analyzačné a depozičné prístroje. Z hlavnej komory vychádzajú dve menšie vedľajšie komory.



Obr. 1 Hlavná vákuová komora, 1. Príruba na tubus elektrónového mikroskopu, 2. Analyzátor zbytkových plynov (RGA), 3. Vlnovec spájajúci komoru na zakladanie vzoriek s hlavnou komorou, 4. Load Lock systém na zakladanie vzoriek.

Na tieto komory sú pripevnené vákuové vývevy a mierky. Horná prírubu je určená na tubus elektrónového mikroskopu, ktorý posiela zväzok elektrónov na vzorku držanú v manipulátore umiestnenom na najväčšiu dolnú prírubu komory. Samotná vzorka sa zavádza do hlavnej komory pomocou zakladacej komory oddelenej ventilom. V budúcnosti sa plánuje s napojením preparačnej komory ústiacej do už namontovanej zakladacej komory.



Obr. 2 UHV komora z opačnej strany už s namontovaným tubusom elektrónového mikroskopu.  
1. Magnetická tyč na zakladanie vzoriek, 2. Iónové vývevy tubusu, 3. Tubus mikroskopu,  
4. Vypekacie popruhy, 5. Mierka Penning, 6. Ventil turbomolekulárnej vývevy, 7. Stôl s tlmením,  
8. Iónová výveva s ventilom, 9. Príruba titánovej sublimačnej vývevy.

## 2.2 Problematika UHV

Ultravysoké vákuum (UHV) je prostredie s tlakom nižším ako  $10^{-7}$  Pa. Takto nízky tlak je nevyhnutný pre mnohé výskumné a výrobné odvetvia, či už ide o tvorbu magnetických vrstiev polovodičov, alebo opticko-elektronických zariadení. Vždy je nevyhnutné pracovať v ultračistom prostredí, kde dochádza ku kontaminácií okolitou atmosférou v čo možno najmenšej miere.

Avšak samotná UHV komora by bola nezaujímavá, ak by nebolo možné do nej vkladať vzorky, manipulovať s nimi, a následne ich analyzovať. To vyžaduje dostať rôzne chladiace kvapaliny, manipulátory, optické a elektrické prístroje cez steny komory bez porušenia tesnosti. Okrem toho samotné prostredie vylučuje používanie bežných metód pohybu so vzorkou. Klzné ložiská, ani bežné elektromotory, nie sú kompatibilné s UHV prostredím, a je treba sa obracať na alternatívne metódy, ako je napríklad posuv pomocou piezo kryštálov, ktorý je použitý v prípade UHV-SEM.



Okrem toho sú kladené vysoké nároky na použité materiály, predovšetkým na ich tlak nasýtených pár. Taktiež spoje jednotlivých prírub musia byť vysoko odolné, preto nie je možné používať rýchlo-spoje ako v prípade bežných vákuových zariadení, ale kovové tesniace krúžky najčastejšie vyrábané z medi.

Základom každého vákuového systému, vrátane UHV-SEM, sú jeho pumpy a vývevy. Na dosiahnutie UHV je potrebné skombinovať vysokú čerpaciu rýchlosť a možnosť čerpania každého druhu plynu z atmosféry komory.

Aj samotné meranie kvality vákua sa komplikuje s klesajúcim tlakom. Pri UHV nie je možné sa spoliehať na mierky využívajúce mechanické prejavy tlaku, alebo tepelnú vodivosť. Pre účely merania takto nízkych tlakov sú častokrát využívané modifikované mierky typu Bayert-Alpert, extraktorová mierka, alebo analýza pomocou RGA.

Všetky spomenuté problémy sú len zlomkom úskalí, týkajúcich sa vákuovej techniky. Potreba stále kvalitnejšieho vákua v mnohých odvetviach priemyslu stúpa a riešeniu týchto problémov sa venuje mnoho odborníkov. Dôsledkom sú aj viaceré publikácie, ktoré boli v posledných rokoch napísané, a z ktorých som čerpal [1] [2].

## 2.3 Čerpanie UHV-SEM

O výsledný tlak v komore sa stará dvojica turbomolekulárnych vývev, jedna iónová výveva, jedna titánová sublimačná výveva a jedna rotačná pumpa. Iónová, a väčšia turbomolekulárna výveva, sú napojené separátne pomocou vákuového vedenia (komôr) na príruby komory a orientované prírubou nahor. Obe vývevy sú umiestnené na spodnú časť systému, ako znázorňuje obrázok 2. Vákuové vedenie má veľký priemer, čo zvyšuje vodivosť aj čerpaciu rýchlosť systému. Druhá turbomolekulárna výveva je súčasťou základacieho „Load Lock“ systému. Rotačná výveva je umiestnená mimo komory a slúži na predčerpanie turbomolekulárnych vývev.

Výsledný tlak je daný pri dosiahnutí rovnováhy medzi množstvom plynu, ktoré sú vývevy schopné čerpať, a medzi plynovou záťažou komory. Pod záťažou komory rozumieme plyn prenikajúci do priestoru komory. Plynová záťaž celej komory je tvorená súčtom viacerých vplyvov, ako drobnými netesnosťami komory, alebo desorbciou častíc z materiálu komory. Preto sa pre dosiahnutie lepšieho vákua samotná komora a jej periférne časti vypekajú, aby sa urýchlila desorbcia častíc, ktoré sú následne sčerpané vývevami.

## Rotačná výveva

Rotačné vývevy využívajú, ako už ich názov napovedá, mechanickú rotáciu disku s odpruženým výbežkom na strany, ktorý strháva plyn zo vstupného potrubia, a rotačným pohybom ho prevádza k výfuku. Takéto typy vývev nie sú určené na dosahovanie vysokého vákua (dá sa s nimi dostať rádovo do  $10^{-2}$  Pa), no čerpajú veľmi rýchlo a sú vhodné na predčerpávanie komory alebo turbomolekulárnej vývevy, ktorá nie je schopná čerpať do atmosférického tlaku. Práve na takýto účel je využívaná rotačná výveva Edwards nXDS6i v zariadení UHV-SEM.



Obr. 3 Rotačná výveva nXDS6i používaná v UHV-SEM zariadení, zdroj [3].

## Turbomolekulárna výveva

Turbomolekulárne vývevy sa vyznačujú vysokou rýchlosťou čerpania, samozrejme, v závislosti na vodivosti systému, a minimálnym spätným tokom plynu. Sú založené na rýchlo rotujúcom rotore s množstvom lopatiek, ktorými je plyn strhávaný, a následne čerpaný rotačnou vývevou. Pre svoju činnosť však potrebujú čerpať už z predčerpaného priestoru, o čo sa v našom prípade taktiež stará rotačná pumpa. Málo účinne sú však voči vodíku a v určitých prípadoch môžu znečistiť komoru výparmi z používaných olejov na mazanie ložísk. V prípade UHV-SEM sú použité vývevy typu Pfeiffer Hipace 700+ a Pfeiffer Hipace 80+ s priemernou čerpacou rýchlosťou 700 l/s<sup>1</sup> resp. 80 l/s<sup>1</sup>. Prvá spomínaná slúži na čerpanie hlavnej komory, zatiaľ čo druhá spomínaná slúži na čerpanie základacieho „Load Lock“ systému.



Obr. 4 Turbomolekulárna výveva typu Pfeiffer Hipace 700+ používaná v UHV-SEM, zdroj [21].

<sup>1</sup> Čerpacia rýchlosť sa líši pre jednotlivé druhy plynu. Uvedená hodnota je len orientačná a presné hodnoty závisia od konfigurácie prístroja.

## Iónová výveva

Princíp jej funkcie spočíva vo využití poznatku, že ióny plynu sú ovládateľné elektrickým polom a je možné ich usmerniť požadovaným smerom. Základný typ iónovej vývevy sa skladá z katódy a anódy, medzi ktorými dochádza k ionizácii plynu a následnému dopadu iónu na katódu. Do daného priestoru je privedené magnetické pole na zvýšenie účinnosti zrážok elektrónov s molekulami plynu.

Povrch katódy je tvorený zvyčajne titanom. Disociované molekuly, alebo atómy, ochotne reagujú s titánovou vrstvou za vzniku zlúčenín, a tým sa uzatvárajú v komore. Problematickejšie sú však vzácne plyny a vodík. Týchto plynov sa väčšinou zbavujeme len postupným „pochovávaním“ alebo rozpúšťaním pod vrstvami odprášených častí titánovej katódy. V UHV-SEM zariadení je umiestnená umierka typu Agilent VacIon 500 s čerpacou rýchlosťou 500 l/s<sup>1</sup>.



Obr. 5 Iónová výveva Agilent VacIon 500 používaná v UHV-SEM, zdroj [20].

## Titánová sublimačná výveva

Titánová sublimačná výveva využíva vlastnosti, spoločné pre viaceré kovy, ako napríklad titán, tantal, niób, zirkón a podobne. Ide o skutočnosť, že tieto prvky ochotne reagujú s plynmi v zbytkovej atmosfére komory, čím slúžia ako ich pohlcovače (getters). V komerčne dostupných produktoch sa však využíva v prevažnej miere titán, jednak pre svoju dostupnosť, no hlavne kvôli relatívne nízkej teplote sublimácie voči ostatným kovom. Práve táto vlastnosť sa využíva v sublimačných vývevách. Priechodom prúdu cez titánové vlákno sa titán zohrieva a sublimuje, následne dopadá na chladené okraje vývevy. Tým sa vytvára neustále nová vrstva titánu, ktorý reaguje s plynom v komore a je následne „pochovaný“ ďalšími vrstvami.



Obr. 6 Titánová sublimačná výveva Agilent umiestnená v v zariadení UHV-SEM, zdroj [4].

## 2.4 Meranie tlaku v UHV-SEM

### Hot cathode mierky

Využívajú princípu ionizácie plynu pomocou elektrónov extrahovaných zo žhaveného vlákna („hot cathode“) na kolektor, ktoré vyvolajú tok prúdu nepriamo zodpovedajúci kvalite vákua v komore ( striktno vzato sa meria hustota častíc, ktorá však pri stálej teplote zodpovedá veľkosti tlaku). Zástupcami tejto skupiny sú mierka typu Bayard-Alpert, alebo extraktorová mierka. Prvá spomínaná je využívaná v UHV-SEM zariadení.

### Cold cathode mierky

V mnoho ohľadoch sú podobné hot cathode mierkam, avšak nevyužívajú žhavené vlákno. Ich funkčnosť je založená na ich geometrii a využívaní magnetického poľa. Medzi katódou a anódou je pomerne silné magnetické pole zakrivujúce dráhy elektrónov, a tým zvyšujú pravdepodobnosť zrážky s molekulami plynu. Výsledný tlak je následne určovaný analogicky, ako v prípade hot cathode mierok, a teda z katódového prúdu. Najpoužívanejším typom tohto druhu mierok je mierka Penning používaná taktiež v UHV zariadení.

### Dosiahnutý tlak

Po prvom zapečatení komory a následnom vyčerpaní sa podarilo dosiahnuť tlaku na úrovni  $10^{-6}$  Pa, avšak po vypekaní komory pomocou výhrevných pásov sa podarilo prekročiť hranicu ultravákua, a teda tlak klesol do oblasti  $10^{-8}$  Pa.

## 2.5 Zoznam predpokladaných zariadení v aparátúre

- Držiak vzorky s piezoelektrickým manipulátorom
- SEM
- SPM mikroskop
- Augerovská mikroskopia
- FIB
- GIS (Gas Injection System)
- Efúzne cely
- Nanomanipulátory

Aktuálne však operuje na komore len samotný tubus elektrónového mikroskopu a manipulátor. Okrem toho je na komoru pripevnené RGA spolu s iónovou a turbomolekulárnou vývevou, pričom tlak meria dvojica vákuových mierok (Bayard-Alpert a Penning). Ostatné zariadenia budú inštalované v priebehu nasledujúcich rokov.

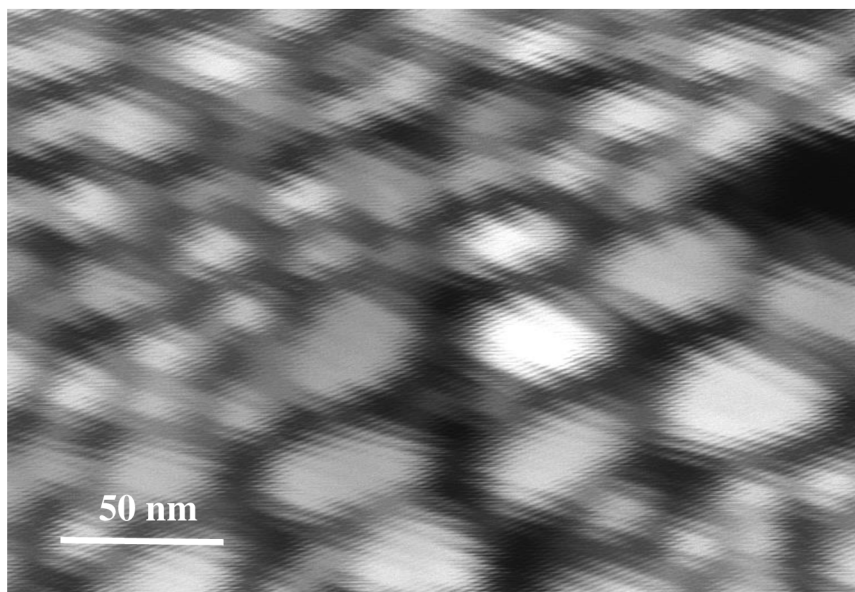
Medzi vyššie spomínané efúzne cely patrí aj navrhovaná cela, ktorá je jednou zo súčastí mojej bakalárskej práce. Konkrétne ide o návrh efúznej cely, umožňujúcej depozíciu taveniny smerom nadol.

## 2.6 Aplikácie UHV-SEM mikroskopu

Hlavným účelom je tvorba a analýza nanoštruktúr pomocou rôznych analyzačných a depozičných prístrojov. Usporiadanie systému umožňuje pozorovať tvorbu nanoštruktúr v reálnom čase a pomáha tým porozumeniu dejov na nanoskopickú úroveň. Výskum na tomto zariadení sa predovšetkým orientuje na hybridné litografické metódy, využívajúce kombinácie top-down a bottom-up prístupov. V navrhovanom systéme by mali byť študované postupy na naviazanie bottom-up prístupu na vytvorené litografické štruktúry. Pod tým sa myslí napríklad selektívne riadený rast nanoštruktúr.

## 2.7 Testovanie UHV-SEM – vplyv vibrácií na obraz

Po namontovaní tubusu skenovacieho elektrónového mikroskopu na vrch komory, bolo nutné komoru vypieť pre dosiahnutie čo najlepšieho tlaku. Prvé merania prebiehali však len v prostredí vysokého vákua a tlak v komore sa pohyboval rádovo pri  $10^{-6}$  Pa. Kvalita vákua však nezohrávala v meraniach dôležitú úlohu, pretože účelom prvých testov bolo odhaliť do akej miery prenáša daná konštrukcia vibrácie. Ako cieleňý zdroj vibrácií, bola použitá turbomolekulárna výveva, inštalovaná na aparáturu bez tlmiaceho systému. S takto nainštalovanou vývevou bol získaný nasledujúci obrázok 7.



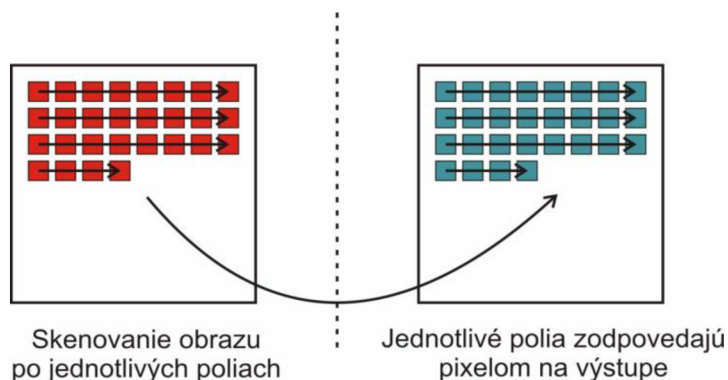
*Obr. 7 Snímka získaná v UHV-SEM pri čerpaní turbomolekulárnej vývevy bez tlmiča.*

### Charakteristika nastavenia mikroskopu pri získaní obrázku:

Rozlíšenie v pixeloch.....	768 × 858 nm
Veľkosť snímky .....	264,3 × 295,3 nm
Urýchľovacie napätie.....	15 kV
Doba meranie jedného pixelu („dwell time“).....	10 <sup>-4</sup> s
Zväčšenie .....	785,21 × 10 <sup>3</sup>
Emisný prúd.....	785,21 × 10 <sup>-6</sup> A

Zo zmeraného obrazu vytvoreného pomocou detekcie sekundárnych elektrónov je možné pomocou fourierovej transformácie nájsť rušivé frekvencie.

Pri analýze obrazu je nutné si uvedomiť proces jeho formovania, ktorý znázorňuje obrázok 8.

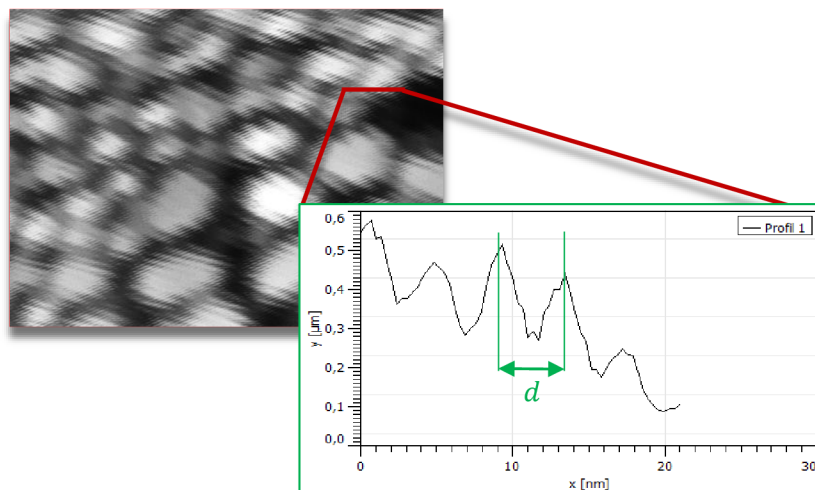


Obr. 8 Princíp formovania obrazu v rastrovacom elektrónovom mikroskope.

Elektrónový zväzok dopadá postupne na určitú časť vzorku, vid' obrázok 8, ktorý zodpovedá pixelu výsledného obrazu. Po dokončení jedného riadka sa posunie o riadok nižšie a proces sa opakuje (rastrovanie). Dobu, ktorú zotrva zväzok na určitom mieste, určuje užívateľ a označuje sa „dwell time“.

Dĺžka tejto doby sa môže pohybovať od mikrosekúnd až po milisekundy a výrazne ovplyvňuje kvalitu obrazu. Kratší „dwell time“ zaručí rýchly sken, avšak obraz je výrazne zašumený. Naopak dlhší „dwell time“ značne predlžuje dĺžku skenu, avšak obraz je ostrejšie definovaný. Okrem toho dlhší „dwell time“ negatívne vplyva na rozloženie náboja v nevodivých vzorkách (väčšinou je najväčší problém s biologickými vzorkami). Ak na určitú časť nevodivého vzorku dopadá po dlhšiu dobu elektrónový zväzok, tak má tendenciu sa záporne nabiť, čo ovplyvňuje výsledný obraz [5].

„Dwell time“ však zohráva aj dôležitú úlohu pri analýze obrazu a hľadani rušivých faktorov. Zo skúmaného obrazu som pomocou programu Gwyddion získal profil rušivého vlnenia. Vďaka získanému profilu som vedel určiť vzdialenosť jednotlivých vrcholov, z ktorej sa dá určiť frekvencia. Dôležitým faktom je skutočnosť, že profil som mohol získať len v pozdĺžnom smere, pretože smer skenovania prebieha po riadkoch. Z počtu pixelov na jednej vlnovej dĺžke viem zistiť celkový čas potrebný na preskenovanie daného úseku a teda aj rýchlosť skenovania v horizontálnom smere.



Obr. 9 Profil obrázka 18 získaný pomocou programu Gwyddion. Zo vzdialenosti jednotlivých vrcholov je možné určiť rušivú frekvenciu pri znalosti spôsobu vzorkovania.

Priemerná vzdialenosť vrcholov rušivého vlnenia : ..... $d = 4.14 \times 10^{-9} m$

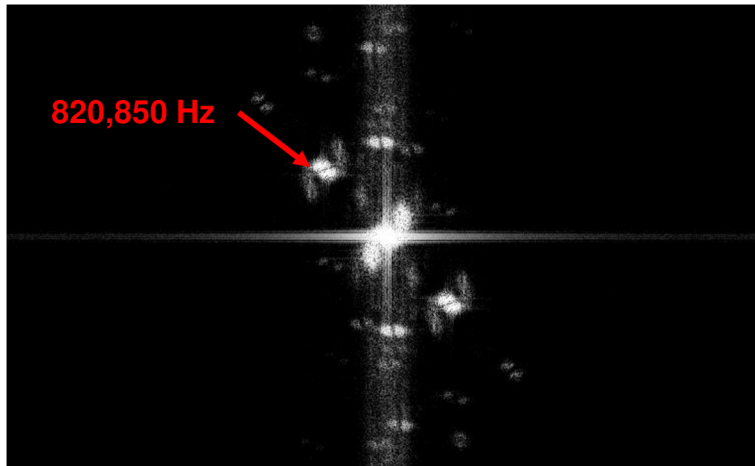
Počet pixelov reprezentujúcich  $d$  : ..... $N = 12 px$

Doba skenovania daného úseku: ..... $dwell\ time \times N = 1.2^{-3}s$

Výsledná rušivá frekvencia : ..... $f = \frac{1}{T} \sim 831 Hz$

Takto zjednodušený výpočet nám všeobecne, s relatívne dobrou presnosťou, pomáha určiť zdroj rušenia. V tomto prípade sú na obrázku 9 viditeľné zámerné vyvolané vibrácie turbomolekulárnej vývevy. Toto meranie poskytlo predstavu o veľkosti vibrácií prenášaných konštrukciou komory a manipulátoru na vzorku.

Určenie rušivých frekvencií som uskutočnil aj pomocou Fourierovej transformácie v špeciálne navrhnutom softvéri Ing. Mira Rudolfa z firmy TESCAN, určeného na získanie časových frekvencií snímaných obrázkov.



*Obr. 10* Obraz získaný Fourierovou transformáciou obrazu 7. Prvý a tretí kvadrant sú si osovo symetrické rovnako ako druhý a štvrtý kvadrant. Žiarivé body na obraze zodpovedajú rušivým frekvenciám.



### 3 Analýza nanoštruktúr v UHV-SEM

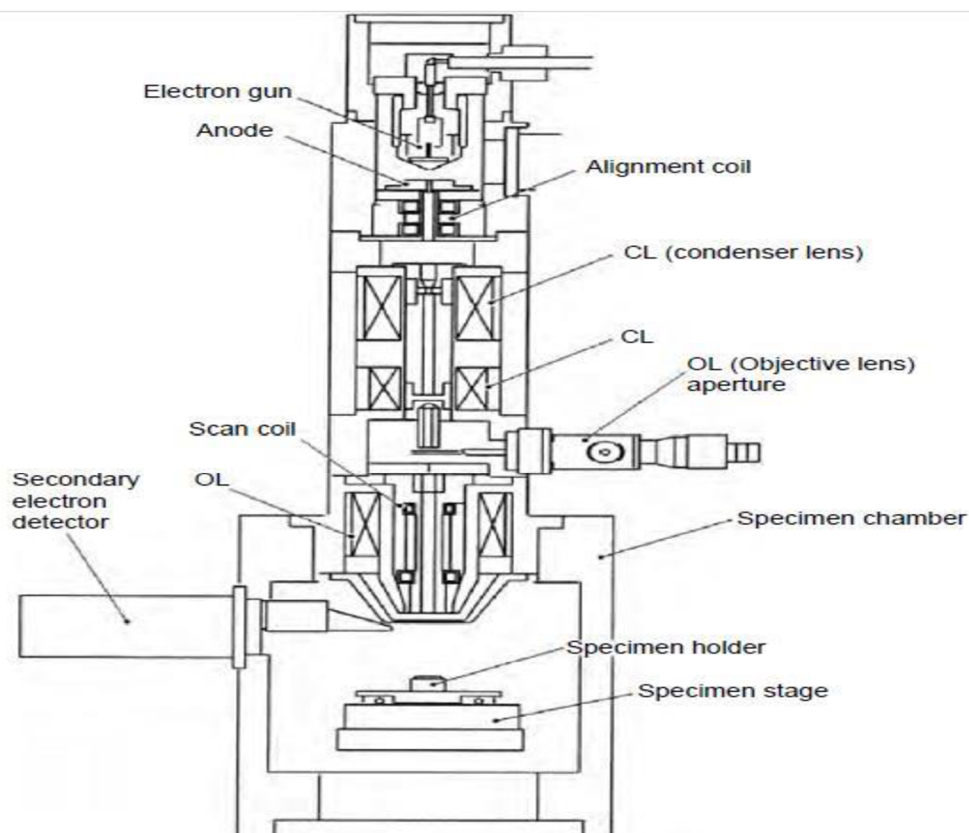
Manipuláciou s hmotou je možné zhotoviť mikro a nanoštruktúry, ktoré môžu vykazovať celé spektrum nových zaujímavých vlastností. Za tieto vlastnosti sú samozrejme zodpovedné fyzikálne a chemické procesy vyplývajúce z danej štruktúry hmoty, avšak pri zmenšovaní rozmerov sa mení pomer povrchu k objemu výrazne v prospech povrchu a za väčšinu pozoruhodných javov je v konečnom dôsledku zodpovedných len niekoľko desiatok vrstiev povrchových atómov. Práve preto získava štúdium povrchov na svojom význame.

Porozumenie procesom pri tvorbe nanoštruktúr a ich následné využitie predstavuje preto pre mnohé vedné odvetvia veľkú výzvu. V priebehu rokov snahy o porozumenie a využitie nanoštruktúr sa vyvinulo viacero analytických techník. Jedna veľká skupina sú techniky založené na spektroskopických metódach bez priameho kontaktu so skúmaním povrchom [6]. Ďalšiu skupinu predstavujú techniky využívajúce priamy kontakt so vzorkami ako napr. AFM a STM [7].

Väčšina analyzačných techník však potrebuje pre správne fungovanie čo najčistejšie prostredie a preto je potrebné súbežne s pokrokom metód určených na analýzu udržiavať pokrok aj na poly vákuovej technológii. V tejto kapitole ú predstavené základné analyzačné techniky, ktorými bude disponovať UHV-SEM zariadenie.

### 3.1 Skenovací elektrónový mikroskop

Schému skenovacieho elektrónového mikroskopu SEM (Scanning Electron Microscope) popisuje nasledujúci obrázok:



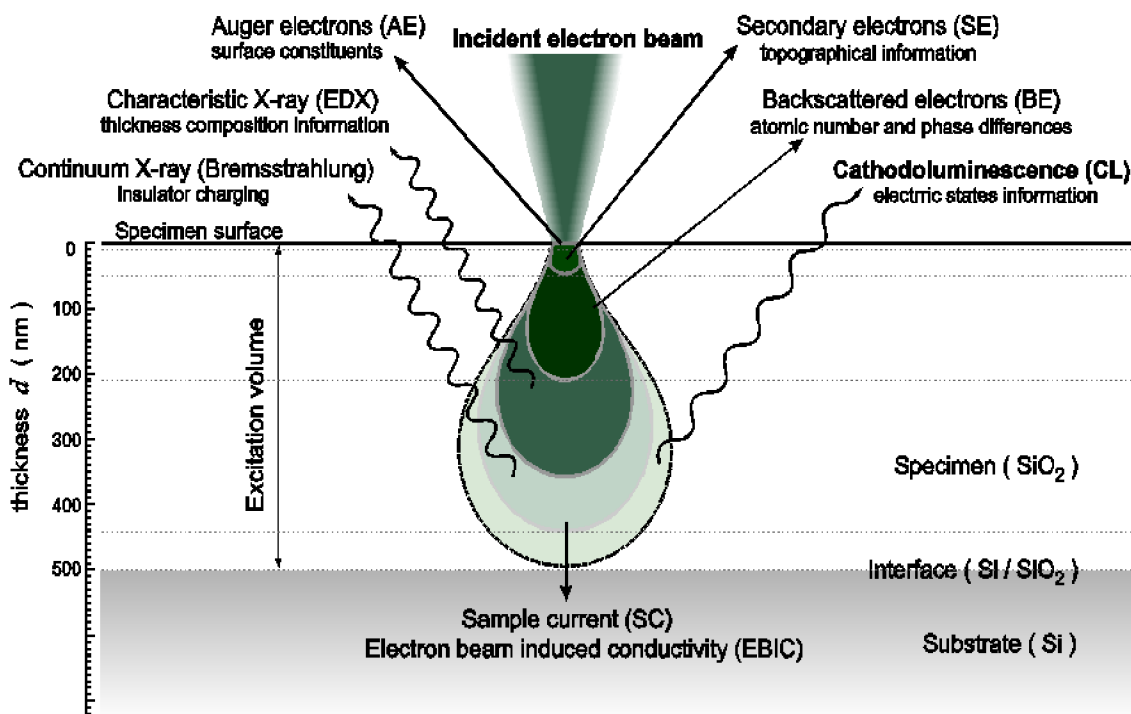
Obr. 11 Schéma skenovacieho rastrovacieho mikroskopu (prevzaté z [5]).

Tryska (Electron gun) je zdroj elektrónov v mikroskope a urýchľuje ich potenciálovým rozdielom 0.1 až 30 kV. Jednotlivé typy trysiek sa odlišujú podľa spôsobu akým sú z danej katódy extrahované elektróny, čo výrazne ovplyvňuje vlastnosti zväzku a teda aj výsledného obrazu. V pripravovanom zariadení UHV-SEM mikroskopu je umiestnená tzv. Shotkkihho katóda.

Elektrónový zväzok potom, čo je emitovaný tryskou, je následne modulovaný z rozbiehavého zväzku na rovnobežný pomocou kondenseru (condense lens). Jeho tvar je často dodatočne korigovaný sústavami cievok, ktoré vytvárajú magnetické pole s fokusujúcim účinkom na elektrónový zväzok, obdobne ako v prípade svetla prechádzajúceho systémom sklenených šošoviek, a taktiež sa v nich prejavujú typické vady ako sférická vada astigmatizmus alebo chromatická aberácia, ktorým venujú mnohé publikácie ako napr [5] alebo [8]. Záverečným prvkom je dvojica cievok (Scan coils), ktorá odkláňa zväzok cez finálnu apertúrnú clonu za účelom rastrovania vzorku.

## Interakcia elektrónového zväzku so vzorkou

Dopad urýchlených elektrónov na vzorku je sprevádzaný radou efektov ktorých intenzita závisí na urýchľovacom napätí resp. na energii dopadajúcich elektrónov.



Obr. 12 Sprievodné javy vyvolané dopadom urýchlených elektrónov na vzorku, prevzaté z [17].

Pre tvorbu obrazu sú podstatné tzv. sekundárne a odrazené elektróny. Ich detekcia prebieha pomocou Everhart-Thornleyovho detektora alebo pomocou polovodičových detektorov využívajúcich vlastnosti PN prechodu. Sekundárne a odrazené elektróny sa odlišujú v energii, a preto môžu byť odfiltrované pomocou pomocného potenciálu detektora a zaznamenávajú zvlášť, pretože zatiaľ čo sekundárne elektróny formujú informácie hlavne o topografii vzorku tak odrazené elektróny nesú informácie o atómovom čísle prvku, na ktorom došlo k rozptylu.

## Formovanie obrazu

Výsledné rozlíšenie a ostrosť obrazu limitujú základné faktory :

- **Šírka dopadajúceho zväzku**

Je zodpovedná za rozlíšenie vzorku, vo všeobecnosti platí že čím užší zväzok tým lepšie rozlíšenie avšak pri veľmi úzkom zväzku je potrebné dbať na dostatočný prúd potrebný na prekročenie prahu viditeľnosti (detekovateľnosti daným detektorom).

- **Prúdová hustota zväzku**

Ovplyvňuje výslednú svetlosť obrazu pretože je úmerná počtu sekundárnych a rozptýlených elektrónov vylietavajúcich zo vzorky. Okrem toho vyššia prúdová hustota je potrebná aj pre röntgenovú analýzu, pretože iba malé percento zrážok elektrónov so vzorkou vyvoláva tento typ žiarenia.

- **Uhol' pod ktorým sa zbieha zväzok dopadajúci na vzorku**

Zodpovedá za hĺbku ostrosti podľa sledovaného vzorku. Zatiaľ čo pri väčších apertúrnych uhľoch (v rozmedzí  $\alpha = 20\text{mrad}$ ) sú zvýraznené len vrcholky povrchu avšak s vysokým rozlíšením a nižšie miesta sú potlačené, tak so zmenšovaním uhla ( $\alpha = 1\text{mrad}$ ) sa nám odkrývajú aj detaily nižších miest na vzorku no výsledné rozlíšenie je slabšie.

- **Urýchľovacie napätie**

Udáva energiu elektrónov, ktorá súvisí s hĺbkou penetrácie do vzorku. Preto pri vysokých napätiach  $>15\text{ kV}$  vysoko energetické elektróny prenikajú hlbšie do vzorku a prinášajú informácie aj zo spodnejších vrstiev. Naproti tomu ak je napätie približne pod hladinou  $5\text{ kV}$  tak elektróny nemajú dostatok energie preniknúť hlboko do vzorku a mi skúmame prevažne povrch. Nevýhodou je však širší zväzok, pretože fokusačný účinok šošoviek je úmerný urýchľovaciemu napätiu v čoho dôsledku dosahujeme teda nižšie rozlíšenie.

Jednotlivé faktory sú nepriamoúmerné a teda zlepšením jednej vlastnosti obrazu často zhoršujeme ďalšiu, a preto ich musíme meniť podľa nami požadovaného účelu pozorovania. Samozrejme nezmienil som mnoho iných faktorov ovplyvňujúcich kvalitu obrazu, avšak jedná sa o pomerne rozsiahlu tématiku, ktorej sa venuje mnoho publikácií [8] [9] z ktorých som osobne čerpal.

## 3.2 Energiovo disperzná spektroskopia

Energiovo disperzná spektroskopia EDS (Energy dispersive Spectroscopy) využíva zväzok elektrónov dopadajúci na vzorku s dostatočnou energiou je schopný vyraziť elektrón z vnútorných vrstiev atómového obalu, pričom jeho miesto takmer ihneď zaplní elektrón z vyšších energetických. Tento prechod je sprevádzaný vyžiarovaním elektromagnetického žiarenia z röntgenovskej časti spektra ktorého energia presne zodpovedá rozdielu jednotlivých hladín, na ktorých došlo k prechodu a táto hodnota je špecifická pre konkrétny prvok a jeho chemický stav. Je teda možné pomocou analýzy energiového rozloženia žiarenia určiť nielen prvkové zloženie substrátu, ale aj stechiometrické a chemické informácie.

Dôležitým faktorom je hĺbka penetrácie primárneho zväzku, ktorá činí jednotky mikrometrov, čo však predstavuje príliš mnoho hlavne v prípade ak je hrúbka skúmanej vrstvy rádovo v desiatkach nanometrov. V tom prípade získame primárne informácie o samotnom substráte a nie o skúmanej vrstve. Preto sa pri tejto metóde používajú nižšie urýchľovacie napätia. Avšak nižšie urýchľovacie napätie znamená širší zväzok a teda horšie rozlíšenie povrchu.

Samotná tématika generovania a detekcie röntgenového žiarenia pri interakcie vzorky s elektrónovým zväzkom je veľmi obsiahla a venuje sa jej viacero publikácií ako napríklad [5].

### 3.3 Spektroskopia augerovských elektrónov

Spektroskopia augerovských elektrónov [10] AES (Auger Electron Spectroscopy) bude v UHV-SEM zariadení slúžiť k chemickej analýze nanoštruktúr. Výraznou prednosťou tejto metódy je vysoké laterálne rozlíšenie až 10 nm. Princíp metódy spočíva v nasledujúcom mechanizme.

Ak dopadajúci elektrón<sup>2</sup> vyrazí elektrón z vnútornej vrstvy atómového obalu, tak sa atóm snaží túto diery zaplniť elektrónom z vonkajších vrstiev. Pri tomto prechode môže byť vyrazený elektrón s charakteristickou energiou pre každý prvok. Augerovské elektróny majú pomerne nízku energiu a preto vznikajú len tesne na povrchu, čo je dôvod vysokého rozlíšenia tejto metódy.

Augerovské maxima zaznamenané v spektre sú často veľmi nevýrazné a strácajú sa v šume spôsobenom neelasticky rozptýlenými elektrónmi. To činí analýzu získaného energetického spektra náročnejšou ako v prípade fotoelektrónovej spektroskopie avšak na druhú stranu je spektrálne rozlíšenie výrazne lepšie v prospech AES.

### 3.4 Fokusevaný iónový zväzok

Technika fokusovaného iónového zväzku FIB (Focused Ion Beam) využíva usmernený zaostrený zväzok iónov, pomocou ktorého skenuje povrchu vzorku, analogicky ako je to v prípade elektrónov v rastrovom elektrónovom mikroskope.

Zobrazovanie pomocou FIB je teda v mnoho ohľadoch podobné ako zobrazovanie pomocou elektrónov. Aj v tomto prípade zrážky iónov s povrchom generujú sekundárne elektróny, ktoré zachytávame detektorom a dávajú nám informáciu o topografii vzorku.

Ióny majú však na rozdiel od elektrónov oveľa väčšiu hmotnosť a veľkosť, v čoho dôsledku neprenikajú tak hlboko do povrchu ako v prípade „malých“ elektrónov.

---

<sup>2</sup> Vyrazenie augerovského elektrónu môže spôsobiť aj röntgenovo žiarenie avšak v menšej miere.

Interakcia prebieha výhradne vo vrchných vrstvách atómových orbitálov z ktorých sú vyraňané sekundárne elektróny. Vďaka tomu nevzniká vedľajšie röntgenovo žiarenie, keďže nedochádza k vyrazeniu elektrónov z vnútorných orbitálov.

Hmotnosť iónov ovplyvňuje však aj samotnú ich fokusáciu. Pri fokusovaní iónov sa používajú výhradne elektrostatické šošovky. Pri rovnakej energii sa ióny pohybujú výrazne nižšou rýchlosťou oproti „ľahkým“ elektrónom a teda pri ich pohybe v magnetickom poli nevzniká dostatočná Lorentzova sila na zakrivenie dráhy [11].

## **Zdroj iónov na bázi tekutého kovu**

Iontový zdroj na bázi tekutého kovu (LIMS – liquid metal ion source ) umožňoval ako jeden z prvých techniku FIB, ktorá sa začala hojne využívať v 80tych rokoch s nástupom polovodičového priemyslu a v širokej miere využívaná aj do dnes [12]. Aplikáciou silného elektrického poľa na kvapalnú špičku kovu dosiahneme extrakciu a následnú ionizáciu jeho atómov a tým získame ióny požadovaného kovu ktoré ďalej urýchľujeme a fokusujeme.

Ako zdroje iónov sa používajú kovy ako In, Bi, Sn alebo Au avšak najčastejším zdrojom je Gálium (Ga) a to hneď z niekoľkých dôvodov:

1. Má nízku teplotu topenia okolo 30°C.
2. Má nízky tlak nasýtených pár.
3. Na ionizáciu je potrebné pomerne nízke napätie.
4. Je pomerne inertný.

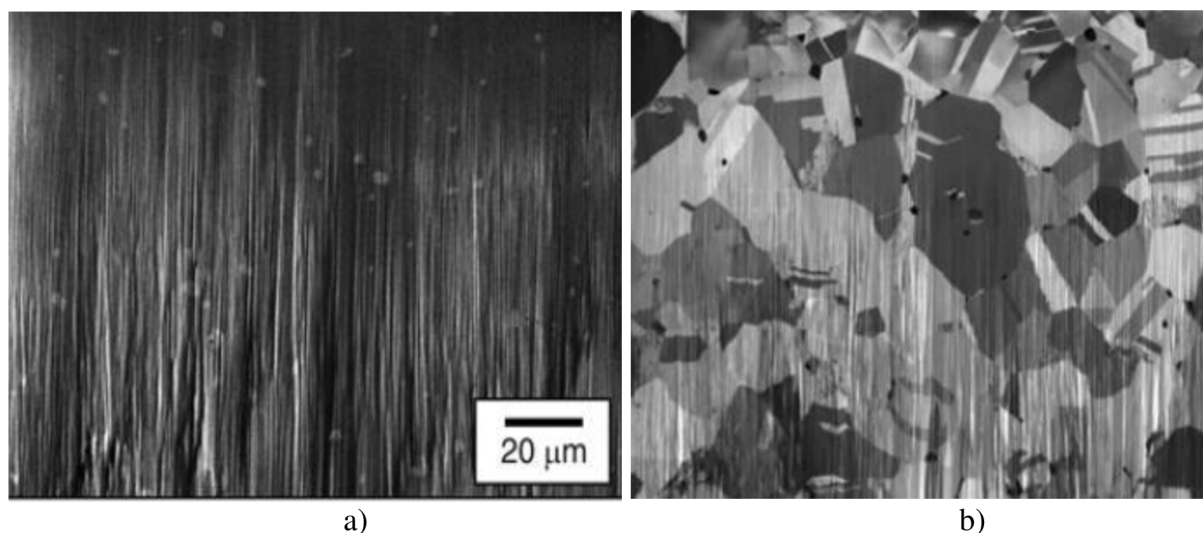
Gáliový zdroj bude taktiež inštalovaný do UHV-SEM.

## **Zobrazovanie pomocou FIB**

Dopadajúce ióny interagujú s povrchom, pričom vznikajú nízkoenergetické sekundárne elektróny, často označované ako iónmi indukované sekundárne elektróny ISEs (Ion-Induced Secondary Electrons). Typicky 1 až 10 elektrónov s energiou pod 10 eV je vygenerovaných pri dopade  $\text{Ga}^+$  iónu o energií v rozmedzí 5-30 keV. Vyrazené elektróny sú zachytávané detektorom rovnako ako je to v prípade SEM.

## Rozdiel SEM a FIB v zobrazovaní

Iónový zväzok je horšie fokusovateľný a jeho priemer stopy sa rádovo pohybuje od desiatok až do stoviek nanometrov [13]. Ióny poskytujú teda menšie rozlíšenie, ako je to v prípade elektrónového zväzku, avšak poskytujú oveľa lepši kontrast pre určité typy vzoriek (obrázok 13). Nasledujúci obrázok porovnáva výstupný obraz rovnakého povrchu pomocou SEM a FIB.



Obr. 13 a) Zobrazenie povrchu kovu pomocou SEM ,b) zobrazenie rovnakého povrchu pomocou FIB.

Pri zobrazovaní pomocou iónového zväzku nastáva poškodenie vzorku už kvôli samotnej podstate spôsobu zobrazovania, čiže dopadu vysoko energetických iónov. Táto skutočnosť však otvára možnosti hlavnému uplatneniu tejto techniky a teda selektívnemu odprašovaniu za účelom tvorby nanoštruktúr, ktorej sa venujem v nasledujúcej kapitole.





## 4 Tvorba nanoštruktúr v UHV-SEM

Technologický pokrok úzko súvisí s vývojom nových materiálov za účelom dosiahnutia nových vylepšených fyzikálnych a mechanických vlastností. Jednou z ciest ako to uskutočniť je možnosť ovplyvnenia štruktúry materiálu na nanoskopickú úroveň a tým dosiahnuť požadovaných vlastností aj v makroskopickom merítku. Pri zmenšovaní jedného alebo viacerých rozmerov na úroveň nanometrov sa začínajú prejavovať vplyvy kvantovo-mechanického charakteru, čím dávajú vznik vlastnostiam, ktoré sú v makroskopickom merítku skryté ako napríklad vodivosť, zmena optických vlastností, zmena teplôt tavenia, chemická reaktivita atd.

Tvorba nanoštruktúr a konkrétne nanovrstiev úzko súvisí s vývojom polovodičovej techniky v 50-tych rokoch a dodnes ostáva hlavným odvetvím využívajúcim nanoštruktúry. Avšak svoje uplatnenie nájdu v priemyselných v oblastiach optiky, keramiky apod.

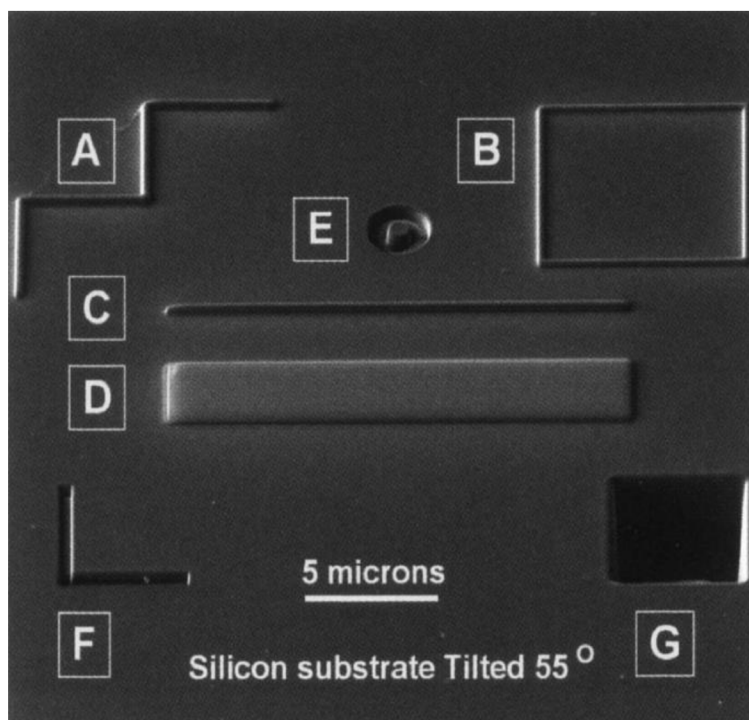
V tejto kapitole je diskutovaná tvorba nanoštruktúr pomocou technológie FIB a depozície materiálov z plynnej fázy spoločne s návrhom efúznej cely určenej pre UHV-SEM.

### 4.1 Tvorba štruktúr pomocou FIB

#### Iónové frézovanie pomocou FIB

Ak je vzorka vystavená neustálemu dopadu iónov tak sa jej povrch postupne a prevažne spojito odprašuje. Miera odprašovania je samozrejme závislá na priemere, prúde zväzku dopadajúcich iónov, no závisí aj od odprašovaného materiálu. Kus materiálu o rozmeroch  $10 \times 5 \times 3 \mu\text{m}$  je možné odprašiť v priebehu desiatich minút.

Odprašovanie je jednou z najvýraznejších aplikácií fokusovaného zväzku iónov a využíva sa v širokej miere. Keďže parametre zväzku sú pomerene dobre regulovateľné je možné dosiahnuť rôznych útvarov ako na obrázku 14. Obdobné štruktúry bude možné zhotoviť aj v UHV-SEM zariadení.

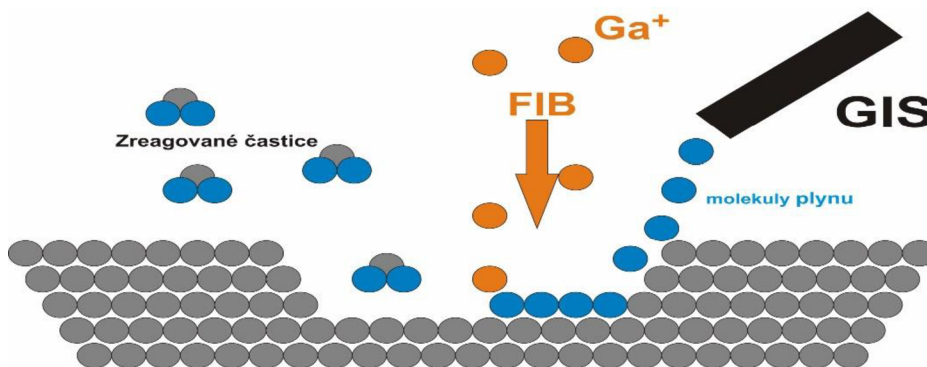


Obr. 14 Štruktúry vytvorené pomocou iónového zväzku. A, B, C, D sú útvary vytvorené pomocou iónovej depozície. E, F, G sú štruktúry vytvorené iónovým frézovaním (zdroj [11]).

Určitou modifikáciou iónového odprašovania je pridanie určitého plynu do komory, ktorý reaguje s odprašovaním materiálom, za vzniku prchavých zlúčenín (obrázok 15). Plyn samotný je dopravovaný pomocou GIS systému (Gas Injection System). Jedná sa o zariadenie, ktoré privádza na vzorku požadovaný plyn skrz veľmi tenkú trysku. Tento proces sa často označuje aj ako plynom asistované leptanie a úlohu reaktívnych plynov väčšinou zastávajú molekuly halogénov ( $I_2, XeF_2$ ).

Použitie reaktívneho plynu prináša viaceré zlepšenia:

- Rýchlejšie odprašovanie.
- Selektívnejšie obrábaný povrch.
- Minimálne uchytenie dopadajúcich iónov na povrchu.



Obr. 15 Schéma funkcie FIB spolu s GIS systémom.

## Depozícia materiálu pomocou FIB

Vo všeobecnosti rozoznávame dva spôsoby deponovania materiáli pomocou FIB technológie. Jednou z nich je tzv. chemicky asistované deponovanie a druhou deponovanie pomocou pomalých nízkoenergetických iónov dopadajúcich na povrch vzorku.

V prvom spomínanom procese sa jedná o využitie plynu, ktorý nesie častice látky, ktorá sa má deponovať. Aj v tomto prípade je plyn dopravovaný pomocou trysky GIS systému. Základom procesu je podmienka, že väzobná energia plynu s povrchom musí byť väčšia ako energia potrebná k rozloženiu molekuly plynu. Tým sa zaistí, že po dopade iónu sa molekuly plynu rozbijú a dajú možnosť vzniku vrstve atómov, ktoré so sebou na povrch dopravili.

Druhý proces sa zakladá na nízkom urýchľovacom napätí (rádovo desiatky eV). Takto pomalé ióny dopadajú na povrch bez výrazných deštruktívnych účinkov a formujú tak súvislú vrstvu požadovaného materiálu. Nevýhodou oproti predošlému postupu je výrazne dlhšia tvorba vrstvy, čo je však kompenzované jej vysokou čistotou.

Metódy tvorby nanoštruktúr pomocou iónového zväzku majú široké uplatnenie pre svoju pomernú jednoduchosť a rýchlosť. Jedná sa o relatívne rýchlo sa rozvíjajúce odvetvie a venuje sa mu taktiež množstvo publikácií [11] [12] [13].

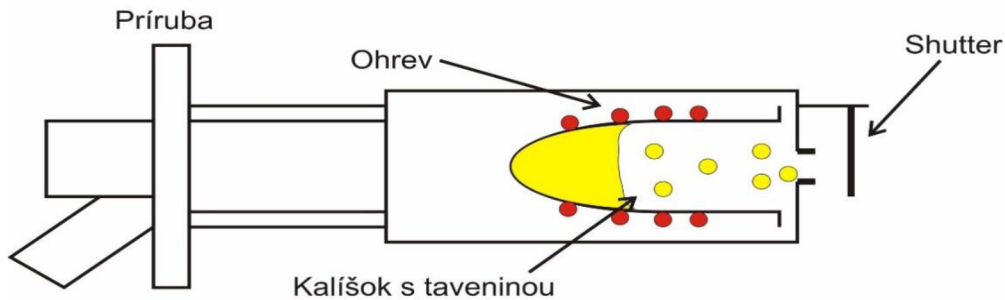
## 4.2 Tvorba štruktúr pomocou fyzikálnej depozície z plynnej fáze

Fyzikálna depozícia z plynnej fáze PVD (Physical Vapour Deposition) je proces prenosu požadovaného materiálu zo zdroja na substrát za účelom formovania tenkej vrstvy. Prenos častíc prebieha na atomárnej úrovni a väčšinou nezahŕňa žiadne chemické reakcie, preto hovoríme o takzvanej fyzikálnej depozícii. Hrúbky jednotlivých vrstiev sa môžu líšiť od niekoľkých vrstiev atómov o hrúbke niekoľkých angströmov až po milimetrové štruktúry. Vo všeobecnosti môžu byť metódy PVD rozdelené do dvoch typov: naprašovanie a vyparovanie. Ďalej sa však budem venovať len naparovaniu, ktoré využíva vyvíjaná efúzna cela.

### Naparovanie

Naparovanie (vapour deposition) spočíva v postupnom odparovaní deponovaného materiálu, jedná sa o pomerne jednoduchú techniku, no náročnosť prevedenia závisí prevažne na spôsobe ohrevu daného materiálu. Samotná tvorba vrstiev naparovaním je známa 200 rokov. Tvorba dostatočne čistých a tenkých filmov si však vyžaduje značné pokroky vo vákuovej technike. Celý proces prebieha v prostredí vysokého vákua ( $10^{-4}$  -  $10^{-6}$  Pa), aby uvoľnené atómy leteli po priamych dráhach na substrát bez zrážok s atómami zostatkového plynu komory. Pre dosiahnutie najlepších výsledkov je často zahrievaný aj samotný substrát, aby nedochádzalo k rýchlemu tuhnutiu dopadajúcich

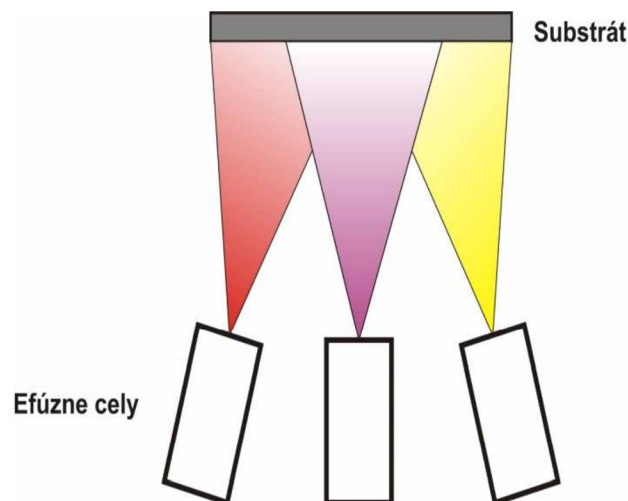
atómov, čo by negatívne ovplyvnilo homogenitu hrúbky vrstvy. Typickým zariadením využívajúcim princíp depozície pomocou odparovania materiálu je efúzna cela.



Obr. 14 Na obrázku je zobrazená tzv. Knudsenova cela ako základný typ efúznej cely.

Jadrom efúznej cely je kalíšok s požadovaným materiálom určeným na depozíciu. Jeho ohrev však musí byť čo najlepšie lokalizovaný, aby nedochádzalo k odparovaniu materiálu z periférnych častí efúznej cely, preto je okolie chladené vodným prietokom v chladiči. Dôležitou časťou efúznej cely je tzv. krytka (shutter), ktorou je možné regulovať tok celou. Pri postupnom ohrievaní sa z efúznej cely uvoľňujú najprv nečistoty spôsobené oxidáciou povrchu deponovaného materiálu, alebo z iných zdrojov, a preto je nutné zamedziť toku týchto častíc na substrát pomocou „shutteru“. Po dosiahnutí tepelnej rovnováhy sa shutter otvorí a prebieha depozícia počas určitej doby potrebnej na dosiahnutie požadovanej hrúbky vrstvy.

Aby nedošlo k vyliatiu taveniny z kalíšku a teda kontaminácii komory, je nutné, aby bola cela orientovaná smerom nahor.



Obr. 15 Schéma PVD pomocou efúznych ciel. Typická orientácia vzorku je smerom nadol voči efúzným celám orientovaným smerom nahor.

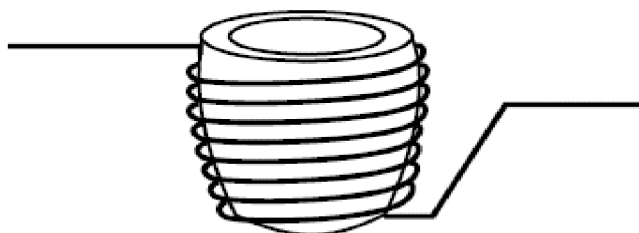
## Požiadavky na kalíšok

Hlavnou súčasťou zdroja pre naparovanie je kalíšok, v ktorom dochádza k taveniu deponovaného materiálu. Kalíšok musí vo všeobecnosti vyhovieť viacerým kritériám podmieňujúcim jeho správnu činnosť:

1. Musí odolať teplotám porovnateľným minimálne s teplotami tavenia deponovaného materiálu (1000-2000 °C).
2. Pri daných teplotách by sa z jeho povrchu mali odparovať častice v čo najmenšej možnej miere, aby neprispievali ku kontaminácii vrstvy.
3. Nesmie reagovať s deponovaným materiálom ani za vysokých teplôt počas depozície.
4. Materiál, z ktorého je kalíšok zhotovený, by mal byť spracovateľný do požadovanej geometrickej formy a v najlepšom prípade by mal mať možnosť byť zahrievaný viacerými spôsobmi.

## Kalíšky vyhrievané topnou špirálou

Najjednoduchším zástupcom elektricky vyhrievaných zdrojov je keramický kalíšok zahrievaný odporovým drôtom.



Obr. 16 Znárodnenie vyhrievania kalíšku pomocou odporového drôtu(zdroj [19]).

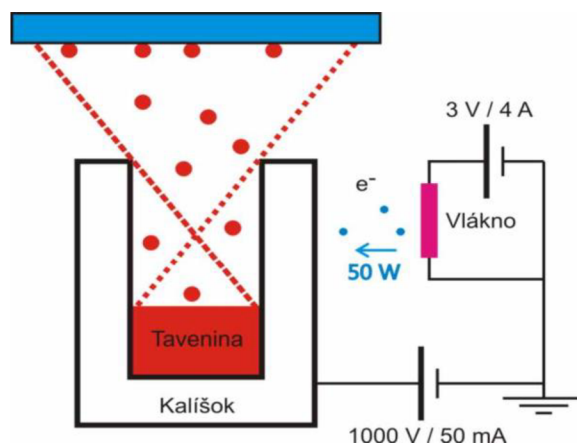
Kalíšok je často zhotovený z PBN alebo  $Al_2O_3$ , pretože dané keramiky sú tepelne odolné (do 1800-2000 °C) chemicky inertné a majú nízky tlak nasýtených pár pri vysokých teplotách.

Odporový drôt je väčšinou z kovov s nízkym tlakom pár ako je W, Ta, Mo, je možné použiť aj uhlík. Výhodou je, že rada týchto materiálov reaguje s danými prvkami v zanedbateľnej miere.

## Vyhrievanie kalíšku pomocou elektrónového bombardovania

Dopadom elektrónov je možné zahrievať samotný materiál určený na depozíciu, alebo kalíšok v ktorom je materiál uložený. Tento spôsob ohrevu je samozrejme podmienený vodivosťou použitého materiálu, pretože je nutné ho nabiť na kladný potenciál nutný k uvoľneniu elektrónov zo žhaveného vlákna

Elektróny dopadajúce na materiál spôsobujú lokálne zahriatie, ktoré je priamoúmerné ich energiám, urýchľovaciemu napätiu a veľkosti prúdu. Zdrojom elektrónov je vo väčšine prípadov tenké vlákno zhotovené z vysokoteplotného kovu, napr. W.



Obr. 17 Schematické zapojenie ohrevu pomocou elektrónového bombardu.

Výhodou je väčšia čistota procesu oproti zahrievaniu odporovým drôtom, avšak substrát sa pod vplyvom dopadu kladných iónov vznikajúcich pri zrážkach s elektrónmi pozitívne nabíja a preto by mal byť uzemnený.

### 4.3 Návrh efúznej cely pre UHV-SEM

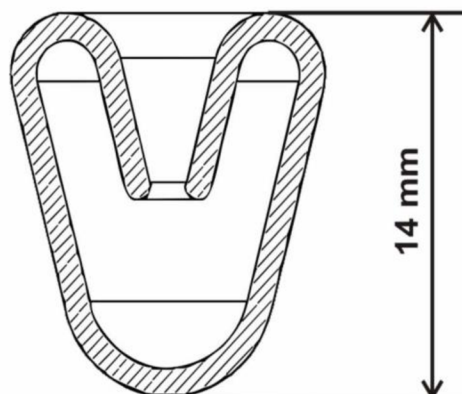
Dôležitým parametrom celého návrhu je požiadavka na možnosť deponovať daný materiál smerom nadol. Táto požiadavka vyplýva z povahy konštrukcie daného UHV zariadenia, pretože vzorka je orientovaná kolmo na dopadajúci elektrónový zväzok. Často je vhodné deponovať a zobrazovať štruktúry v tejto pozícii.

Depozície smerom nadol podmieňuje fakt, že skenovací elektrónový mikroskop je orientovaný kolmo nadol smerom na vzorku. Takéto usporiadanie je typické a opačná orientácia by so sebou prinášala množstvo komplikácií, preto je nutné prispôbiť ostatné komponenty tomuto usporiadaniu.

Typické efúzne cely deponujú zdola práve kvôli tomu, aby nedošlo k vytečeniu taveniny z cely. V závislosti na type konštrukcie cely a daného materiálu je možné deponovať aj mierne pod vodorovným smerom avšak nie nad. Hlavným problémom je tvar kališku, preto sme sa rozhodli pozmeniť jeho tvar, aby nedošlo k vyliatiu taveniny pri deponovaní smerom dolu.

## Návrh kalíšku

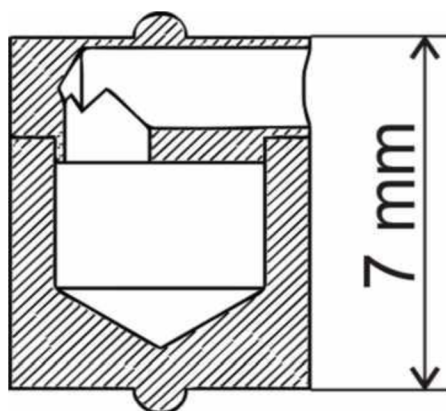
Prvý návrh je na obrázku 20



Obr. 18 Prvý návrh kalíšku z PBN.

Materiál mal byť často používaný polyboronnitrid (PBN). Tento materiál však kvôli nízkej elektrickej vodivosti nemôže byť vyhrievaný elektrónovým bombardom, ale musí byť ohrievaný pomocou odporového drôtu, alebo iného externého ohrevného telesa, čo by značne zväčšilo rozmery navrhovanej cely.

Tvar zobrazený na obrázku 20 je špecifický a bolo nutné kontaktovať výrobcov odolných vákuových keramik, či by nebolo možné daný tvar zhotoviť. Väčšina výrobcov však odmietala, z rôznych dôvodov, daný tvar vyrobiť, či už to bolo nevýhodnosťou danej požiadavky alebo náročnosťou výroby. Vzhľadom k možnej vysokej cene a reálnej možnosti praskania kalíšku v dôsledku nerovnomerného ohrevu, sme sa rozhodli vyrobiť kalíšok z tantalu vhodného na depozíciu kremíku. Depozícia kremíku je plánovaná pre experiment merajúci teplotnú stabilitu zlatých nanočastíc. Výsledný návrh originálneho tantalového kalíšku má tvar uzavretej nádoby s otvorom, ako zobrazuje obrázok 21.



Obr. 19 Rez tantalovým kalíškom pozostávajúceho z dvoch častí.

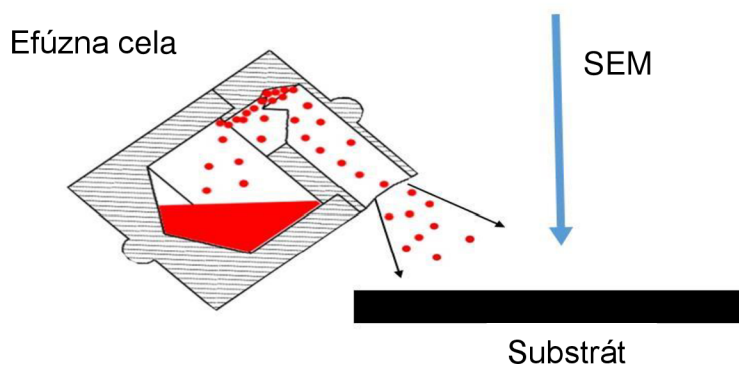


Tantal sme zvolili kvôli jeho dobrej opracovateľnosti a tepelnej odolnosti. Teplota tavenia dosahuje hodnoty 3020 °C, čo prevyšuje aj častejšie používaný molybdén s teplotou topenia 2 623 °C. Okrem toho tantal vyniká aj v relatívne nízkej emisivite pri vysokých teplotách.

Ohrev zabezpečuje elektrónové bombardovanie kalíšku pomocou wolfrámového vlákna umiestneného v blízkosti kalíšku (ako popisuje obrázok 19). Kalíšok nabitý na vysoký kladný potenciál vytrháva elektróny z rozžhaveného vlákna ktoré dopadajú na jeho povrch a my meníme prúd tečúci medzi nabitým kalíškem a zemou a tak určujeme tepelný výkon ohrevu.

Výhodou malých rozmerov je pomerne nízky výkon potrebný na zahriatie kalíšku na hodnoty blízke teplote topenia Si teda okolo 1300 stupňov. Na druhej strane však malé rozmery prinášajú radu komplikácií hlavne kvôli prieraznému napätiu a odvodu tepla. Uchytenie kalíšku sa preto musí čo najlepšie blížiť k bodovému kontaktu, aby nedochádzalo k príliš silnému tepelnému toku a tým pádom k ohrevu okolitých častí, čo by viedlo k zvýšenej plynovej záťaži komory.

Umiestnenie cely bude umožňovať pozorovať proces depozície v reálnom čase pomocou SEM v polohe ako na obrázku 22.



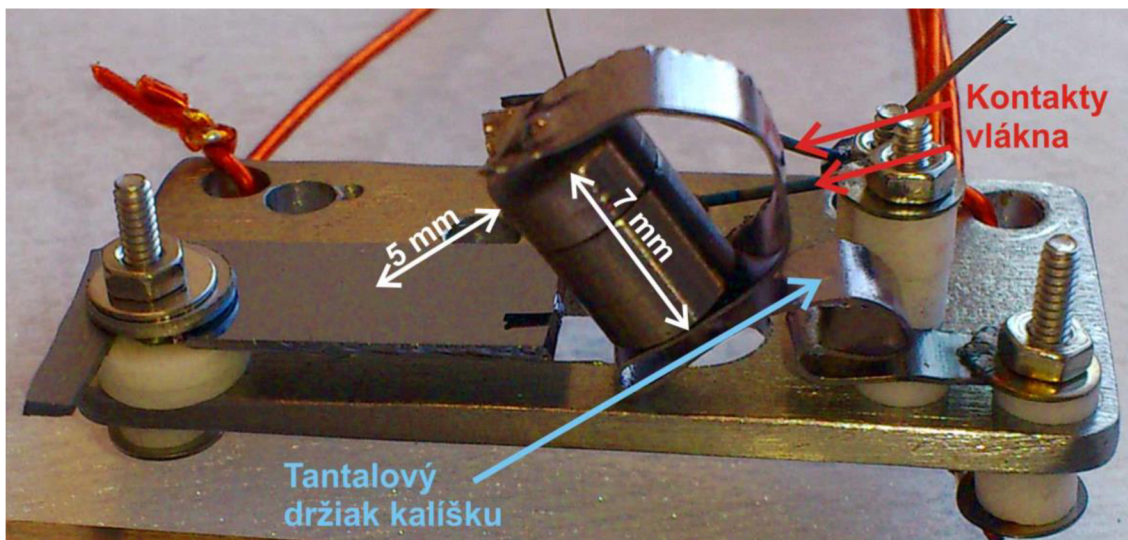
*Obr. 20 Princíp depozície z tantalového kalíšku pri pozorovaní skenovacím elektrónovým mikroskopom.*

## **Testovanie navrhnutého tantalového kalíšku**

Cieľom tohto testovania bolo overiť funkciu atypického tantalového kalíšku. Tento tvar sa nepodarilo dohľadať v ponukách výrobcov, a je možné ho pokladať za unikátny. Nebolo preto zrejmé či bude fungovať správne

Po vyrobení kalíšku sme začali s montážou na bežne provizórnu paletku. Komplikáciou bolo upevnenie kalíšku na túto paletku, kvôli samotným rozmerom kalíšku a jednak kvôli vysokým teplotám. Riešením bolo vyhotovenie držiaka kalíšku z tantalového plechu, ktorého tvar bol využitý i pri následnej konštrukcii cely.





Obr. 21 Tantalový kalíšok umiestnený na paletke v držiaku z tantalového plechu. Ústie kalíšku smeruje na kus kremikovej doštičky na ktorú sa deponovalo. V pozadí za kalíškom je umiestnené vlákno pribodované na kontaktoch.

Prvé testy prebiehali bez umiestneného materiálu v kalíšku. Ich cieľom bolo zistiť akej teploty sme schopní dosiahnuť, ako veľmi znečisťuje kalíšok s držiakom okolité prostredie, prípadne poodhalí problémy spojené s našim prevedením.

Jednotlivé časti, ako kalíšok s držiakom a vlákno, museli byť odizolované od konštrukcie paletky. Toho sme dosiahli pomocou keramických priechodiek. Prívod napätia a prúdu zabezpečovali kaptonom potiahnuté káble privedené cez priechodku namontovanú na prírubu.

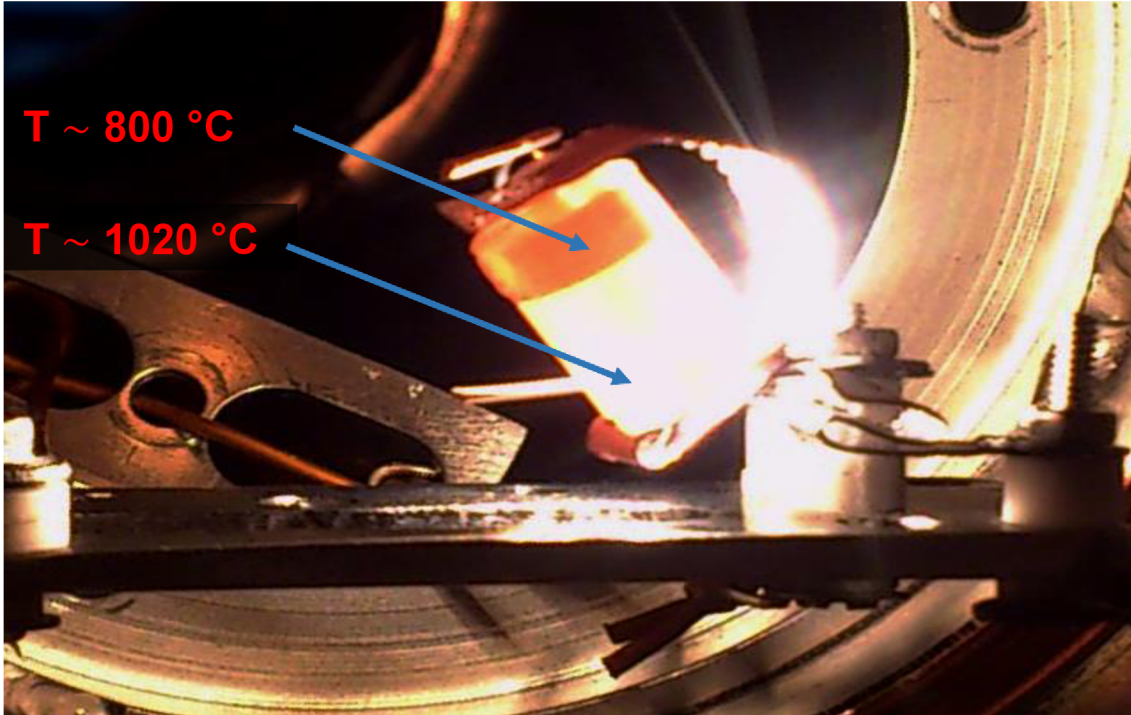
Najväčšou komplikáciou sa javilo samotné wolfrámové vlákno. Pri experimentoch sme používali 0,25 mm hrubé vlákno, ktoré bolo prichytené na rovnako wolfrámových drôtoch o priemere 0,75 mm. Takto tenké vlákno spolu s rozmermi zariadenia značne komplikovali montáž. Z tohto dôvodu, pri prípadnej výmene dielov, často dochádzalo k roztrhnutiu vlákna.

## Optimalizácia polohy vlákna voči kalíšku

Po vložení celej zostavy do komory sa začalo s odčerpávaním. Počas väčšiny experimentov sme sa pohybovali na úrovni tlaku rádovo  $10^{-4}$  Pa. Táto hodnota je síce príliš vysoká pre porovnanie s UHV, avšak dostačujúca na testovanie funkčnosti cely.

Po dosiahnutí požadovaného tlaku sme začali s postupným žhavením vlákna. Vo väčšine prípadov začalo vlákno svietiť až pri prúde 3 A a viac. Hodnota prúdu potrebná k rozsvieteniu vlákna zrejme súvisela s kvalitou bodových kontaktov, ktorými bolo vlákno uchytené.

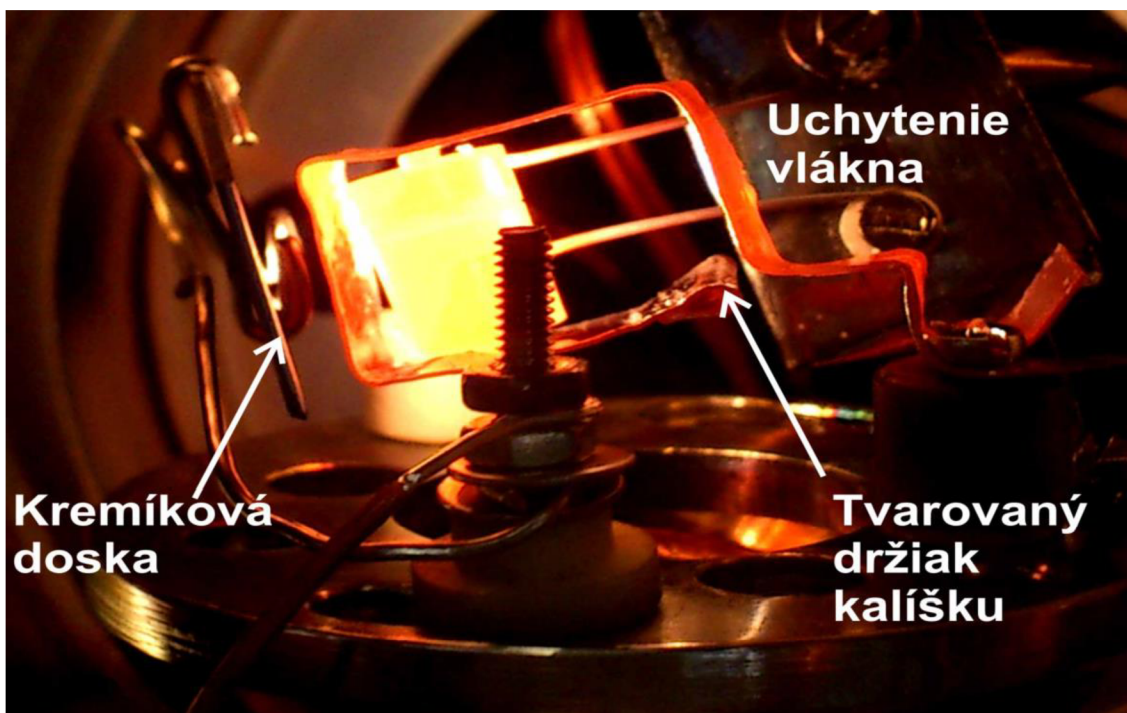
Žiariace vlákno mierne zhoršovalo vákuum, tak bolo nutné určitú dobu čakať, kým tlak neklesne na nižšiu hodnotu. Následne sme privádzali kladný potenciál na kalíšok, ktorý priťahoval elektróny z vlákna a postupne sa zahrieval. Kľúčovým sa však javila poloha vlákna voči kalíšku, ktorá výrazne ovplyvňovala rozloženie teploty na kalíšku ako je vidno na obrázku 24.



Obr. 22 Zahrievanie kalíšku v komore. Rozloženie teploty závisí na polohe vlákna voči kalíšku. Výška kalíšku 7 mm.

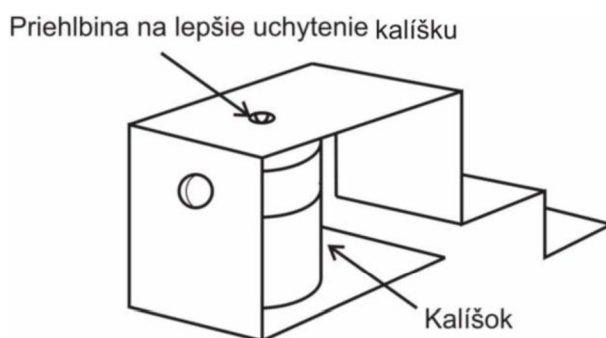
Ak elektróny dopadali na spodnú časť kalíšku tak sa vrchná časť zahrievala len vďaka tepelnému kontaktu so spodnou časťou. Tým pádom nebola schopná dosiahnuť dostatočnej teploty. Bolo teda nutné prísť s novým návrhom úchytu vlákna, ktorý by bol lepšie polohovateľný na dosiahnutie optimálnej pozície pre bombardovanie vrchnej aj spodnej časti.

Zvolili sme tenký tantalový pliešok, na ktorom boli paralelne umiestnené kontakty. Takéto uchytienie kontaktov držiacich vlákno zabezpečilo rovnomerný bombard kalíšku. Čo znázorňuje nasledujúci obrázok 25.



Obr. 23 Rovnomerne rozžhavený kalíšok uchytенý v tvarovanom tantalovom držiaku. Výška kalíšku 7 mm.

Sústava na obrázku 24 je umiestnená na inom, väčšom type paletky a to hlavne kvôli lepšej manipulovateľnosti a menším problémom s pierazným napätím. Kalíšok sme umiestnili do tvarovaného držiaku s otvorom sústredne k otvoru cely, ktorý slúžil na odtienenie častíc vylietavajúcich z povrchu kalíšku.



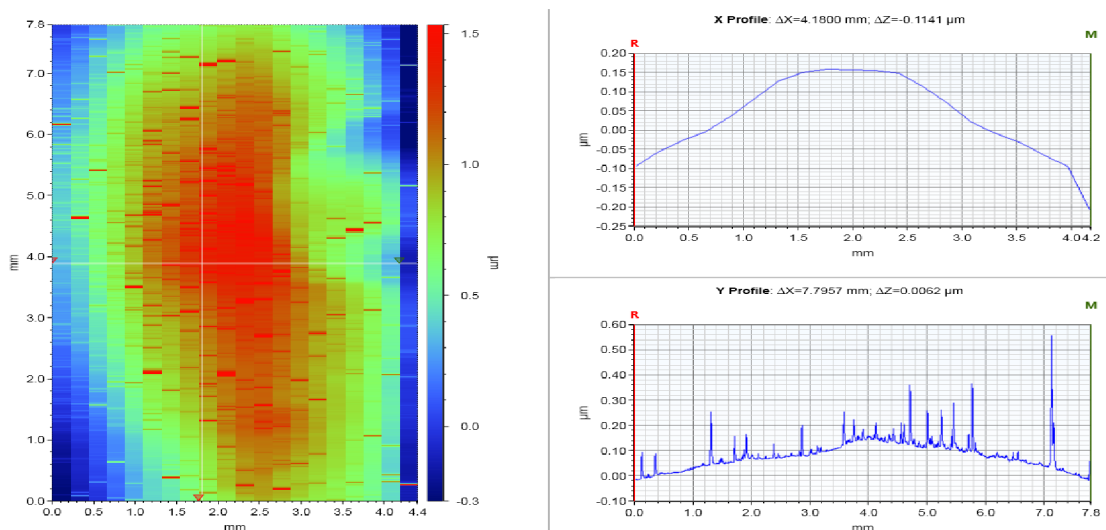
Obr. 24 Tvarovaný tantalový držiak kalíšku. Výška kalíšku 7 mm.

Kalíšok deponoval kremík na kus kremíkovej dosky umiestnenej v provízornom držiaku zhotovenom z nerezového drôtu. Orientácia kalíšku voči doštičke síce nezodpovedala požadovanej orientácii ako je na obrázku 23. Podstatné však bolo zistiť v akej miere je cela schopná deponície a preto sme ju priblížili na 2 mm ku kremíkovej doske.



### 4.3.1 Testovacia depozícia

Po úspešnom dosiahnutí rovnomerného ohrevu a vhodného upevnenia všetkých súčastí sa nám, po desiatkach neúspešných pokusov, podarilo nadeponovať vrstvu kremíku na kremíkovú doštičku.



Obr. 25 Profil nadeponovaného materiálu zmeraný profilmerom CEITEC Dektak XT. Farebná škála zodpovedá výške nadeponovaného materiálu.

#### Parametre uvedenej depozície<sup>3</sup>

Substrát	kremíková doska(wafer)
Deponovaný materiál	kremík
Potenciál na kalíšku	1000 V
Prúd vyvolaný dopadom elektrónov	50 mA
Výsledný tepelný výkon	50 W
Dosiahnutá teplota	1360 °C
Doba depozície	1 hod
Max.hrúbka nadeponovanej vrstvy	250 nm

### 4.3.2 Výpočet maximálneho toku častíc z kalíšku

Deponovaným materiálom je kremík. Pre odhad maximálneho toku častíc (depozičnej rýchlosti) je treba teda určiť jeho tlak nasýtených pár v kalíšku. Ten závisí samozrejme od teploty a jeho hodnotu som čerpal z [14].

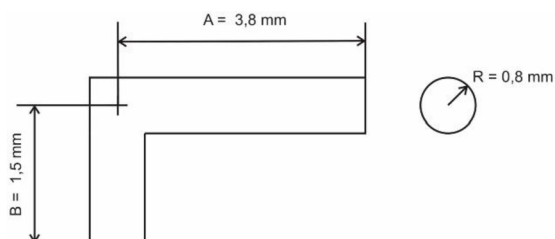
$$P_{Si}(T = 1360 \text{ } ^\circ\text{C}) \sim 13,5 \text{ Pa}$$

Tlak v komore sa bude pohybovať na úrovni  $10^{-8}$  Pa, čo považujeme za zanedbateľné a teda rovné nule, takže rozdiel tlakov činí:

$$\Delta P \sim 13,5 \text{ Pa}$$

<sup>3</sup> Hodnoty jednotlivých parametrov sú približné. Počas depozície sa mení hodnota napätia a prúdu v dôsledku viacerých faktorov, z ktorých najvýraznejším sú zrejme tepelné zmeny v materiáli.

## Geometria potrubia kalíšku



Obr. 26 Schéma ústia kalíšku.

Jedná sa o pomerne krátke potrubie s pravouhlým zahnutím. Pre takýto typ potrubia platí približne rovnica ([2] str.100):

$$C = \sigma \frac{C_L}{1 - \frac{4D}{3L}}$$

Kde  $\sigma$  je koeficient ohnutia potrubia, ktorý v našej konfigurácii nadobúda hodnotu približne 0,3.  $L$  a  $D$  sú rozmery potrubia v neohnutom stave,  $C_L$  predstavuje vodivosť pre rovné potrubie ([2] str.96):

$$C_L = \frac{D^3}{6L} \sqrt{\frac{2\pi R_0 T}{M}}$$

$D$  a  $L$  zodpovedajú rovnakému významu.  $R_0$  je univerzálna plynová konštanta,  $T$  je teplota a  $M$  molárna hmotnosť daného plynu.

### Približný tok celou

Vychádzame zo skutočnosti, že deponujeme kremík pri teplote  $T \sim 1635 \text{ K} \sim 1360 \text{ }^\circ\text{C}$ , Tok je približne rovný

$$Q = \Delta PC \sim 4,8 \times 10^{-5} \text{ Pa} \times \text{m}^3 \times \text{s}^{-1}.$$

To zodpovedá toku častíc o hodnote:

$$\frac{dN}{dt} = \frac{Q}{k_B T} \sim 2,1 \times 10^{15} \text{ častíc/s}.$$

Z efúznej cely teda prúdi približne  $1,62 \times 10^{15}$  častíc za sekundu. Tento výsledok je však len orientačný, pretože som nezohľadnil ďalšie efekty, ktoré môžu ovplyvňovať tok častíc, ako napríklad drsnosť potrubia kalíšku a okrajové efekty.

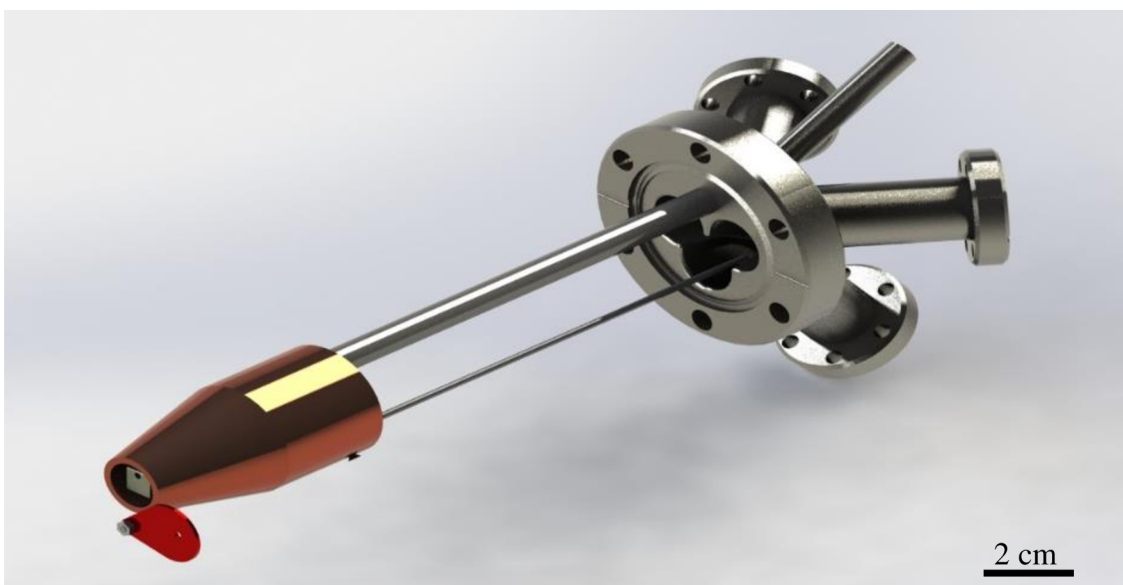
## Porovnanie s výsledkom deponovania

Hmotnosť nadeponovaného materiálu som odhadol pomocou merania na profilomere (obrázok 27). Keďže sa jednalo o kremík mohol som pomocou jeho hustoty a molárnej hustoty odhadnúť počet nadeponovaných častíc.

Za hodinu sa nadeponovalo približne  $2,05 \times 10^{17}$  častíc čo zodpovedá depozičnej rýchlosti  $5,7 \times 10^{13}$  častíc za sekundu. Táto hodnota je o dva rády nižšia než hore vypočítaná. Výpočet však nezahŕňa rôzne vplyvy na rýchlosť depozičie, napríklad skutočnosť, že nie každá častica po dopade na povrch na ňom aj zotrúva. Výsledný rozdiel vo vypočítanej a zmeranej depozičnej rýchlosti je spôsobený relatívne veľkou vodivosťou otvoru v kalíšku, v dôsledku ktorej nie je v kalíšku tlak nasýtených pár, ako u teoretického výpočtu. Reálnu maximálnu depozičnú rýchlosť, vyjadrenú v nm/s, by preto bolo možné zvýšiť zúžením otvoru v kalíšku.

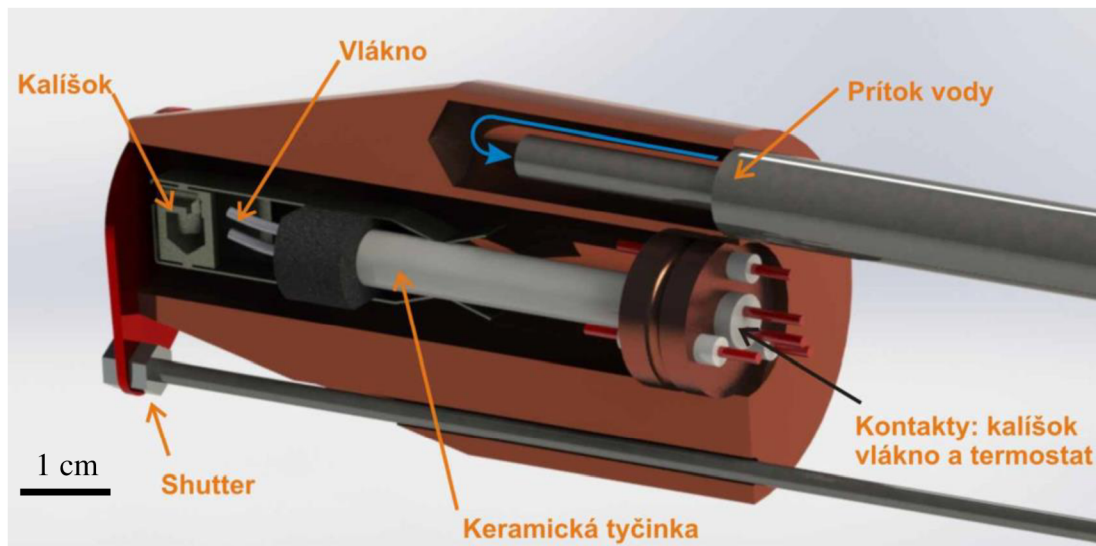
### 4.3.3 Návrh efúznej cely 3D model

Na základe experimentov s tantalovým kalíškom bol uskutočnený návrh efúznej cely určenej na prírubu ako zobrazuje obrázok 29.



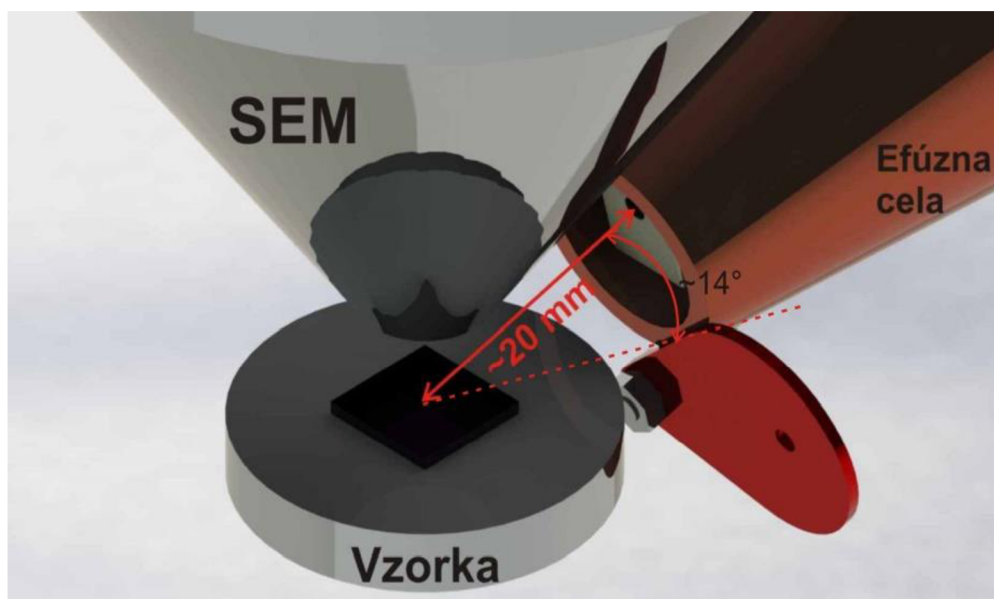
Obr. 29 Navrhnutá efúzna cely určená na prírubu typu DN 40 CF ultravákuovej komory.

Takáto konštrukcia umožňuje dostať kalíšok relatívne blízko k vzorke, no neovplyvňovať obraz tvorený pomocou SEM. O elektrické a tepelné odtienenie sa stará medený chladič s aktívnym prítokom vody. Uchytenie kalíšku využíva skúsenosti nadobudnuté pri jeho testovaní (obrázok 30).



Obr. 30 Rez navrhnutov efúznou celou

Táto cela by mala disponovať možnosťou posunu pozdĺž svojej osy symetrie v smere od a ku vzorke pomocou komerčného UHV posuvu. Vďaka svojim rozmerom by mala byť schopná funkcie popri elektrónovom tubuse bez výrazného vplyvu na jeho zobrazovaciu techniku. Komora UHV-SEM je vybavená veľkým množstvom prírub typu DN 40 CF no najvhodnejšou by bola príruha orientovaná pod 14 stupňami voči rovine vzorku (obrázok 31).



Obr. 31 Orientácia efúznej cely voči vzorku. Materiál by prechádzal otvorom v „shutteri“.

Shutter má dieru o priemere 2 mm. Efúzna cela je schopná depozície len ak je ústie kalíšku a táto diera v zákryte. Okrem toho, je krytka „shutter“ taktiež z medi a v kontakte s chladičom, čím by mala prispieť k elektrickému i tepelnému odtieneniu vnútorných častí cely.

Malé rozmery kalíšku použitého v tejto efúznej cele v budúcnosti umožnia jeho umiestenie priamo na transportnú UHV-SEM paletku. Efúzna cela priamo na paletke so vzorkou by mala výhody ako napríklad malé rozmery a relatívne vysokú depozičnú rýchlosť kvôli bezprostrednej blízkosti so vzorkou. Na druhú stranu však takéto prevedenie prináša mnoho komplikácií, ktoré doposiaľ neboli vyriešené. Napríklad elektrické odtienenie, pretože vysoký potenciál na vzorku by ovplyvňoval dráhu elektrónového zväzku a teda výsledný obraz, alebo tepelné odtienenie kalíšku a vlákna. Vysoká teplota na ktorú sa kalíšok zahrieva (napr. 1300 °C v prípade kremíku) by neďalekú vzorku mohla ovplyvniť. Po prekonaní týchto problémov by sa však efúzna cela implementovaná na paletke mohla stať alternatívou efúznej cely určenej na prírubu, poskytujúcu napríklad jednoduchú výmenu depomovaného materiálu.



## 5 Záver

Pripravované zariadenie UHV-SEM je v dobe písania mojej práce stále vo fáze testovania, ešte je potrebné urobiť mnohé pre jeho plynulú činnosť. Prvé zábery po nasadení tubusu nám prezradili ako prenáša konštrukcia vibrácie a čo je ich zdrojom. Je preto ešte potrebné upraviť tlmenie, aby tubus elektrónového mikroskopu nepodliehal rušivým vibráciám. Zariadenie by malo v čase svojej funkčnosti disponovať niekoľkými technikami ako na tvorbu tak na analýzu nanoštruktúr. Jednou z nich by mala byť aj, v tejto práci, navrhnutá efúzna cela umožňujúca depozíciu smerom nadol. Prvé testy originálneho kalíšku navrhovanej cely sme spolu s vedúcim prevádzali na Ústave fyzikálneho inžinierstva a po mnohých nezdaroch sa podarila depozícia smerom nadol. Skúsenosti získané behom týchto experimentov boli využité pri konštrukcii efúznej cely. Je možné očakávať, že vyvinutá cela bude funkčná a bude používaná v zariadení UHV-SEM.

## Zoznam použitej literatúry

1. O'HANLON, J. F. *A User's Guide to a vacuum technology*. New Jersey : John Wiley & Sons, 2003. ISBN 0-471 -27052-0.
2. CHAMBERS, A. *Modern Vacuum Physics*. York: CRC Press LLC, 2005. ISBN 0-8493-2438-6.
3. <https://shop.edwardsvacuum.com> [online]. 2015 [cit. 2015-Juny-05]. Dostupné z: <https://shop.edwardsvacuum.com/products/a73501983/view.aspx>
4. AGILENT. <http://www.chem.agilent.com/> [online]. 2015 [cit. 2015-Juny-05]. Dostupné z: <http://www.chem.agilent.com/Library/usermanuals/Public/Titanium%20Sublimation%20Cartridge%20User%20Manual.pdf>
5. WEILIE ZHOU, Z. L. W. *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*. New Orleans, Louisiana: Springer, 2006. ISBN 0-387-33325-8.
6. WALLS, J. M. *Methods of Surface Analysis: Techniques and Applications*. CUP Archive, 1990, 342 s.. ISBN 9780521386906.
7. SERGEI N. MAGONOV, M.H. W. *Surface Analysis with STM and AFM: Experimental and Theoretical Aspects of Image Analysis*. Wiley-VCH, 1996, 323 s.. ISBN 3527293132.
8. REIMER, L. *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*. Münster: Springer Science & Business Media, 1998, 527 s.. ISBN 3540639764.
9. JOHN J. BOZZOLA, L. D. R. *Electron Microscopy: Principles and Techniques for Biologists*. Bolingbrook: Jones & Bartlett Learning, 1999. ISBN 0763701920.
10. JOHN F. WATTS, J. W. *An Introduction to Surface Analysis by XPS and AES*. West Sussex: John Wiley & Sons Ltd, 2003. ISBN 0-470 84713 1.
11. LILJEBORG, A. [FIB technology, capabilities and applications] In: <http://www.nanophys.kth.se/> [online]. 2003. Dostupné také z: <http://www.nanophys.kth.se/nanophys/facilities/nfl/fei-nova200/fei1.html>
12. MINOR, C. A. V. A. A. M. Focused ion beam microscopy and mikromarching [MRS BULLETIN]. 2007, č. 32. Dostupné také z: [www/mrs.org/bulletin](http://www/mrs.org/bulletin)

13. LATIF, A. *NANOFABRICATION USING FOCUSED ION BEAM*. Darwin College, Cambridge: 2000, 178 s..
14. NUTH, F. T. F. A. J. A. Vapor Pressure of Silicon Monoxide [Journal of Chemistry]. Washington: American Chemical Society, 2008, č. 53, s. 8 [cit. 2015-Jun-01]. ISRC 2824–2832.
15. DAVIS, D. H. Monte Carlo Calculation of Molecular Flow Rates through a Cylindrical Elbow and Pipes of Other .... 1960, s. 31.
16. H. E. HOSTER, H. A. G. Ex-situ surface preparation and analysis: Transfer. In: WOLF VIELSTICH, A. L. H. A. G. *Handbook of Fuel Cells – Fundamentals, Technology and Applications*. Chichester: John Wiley & Sons, 2003, s. 236–65. ISBN 0-471-49926-9.
17. SALH, R. [Defect Related Luminescence in Silicon Dioxide Network: A Review] In: <http://www.intechopen.com/> [online]. 27. Júl. 2011 [cit. 2015-Máj-25]. Dostupné z: <http://www.intechopen.com/books/crystalline-silicon-properties-and-uses/defect-related-luminescence-in-silicon-dioxide-network-a-review>
18. KERN, W. *Thin Film Processes II*. Academic Press, 2012, 888 s.. ISBN 0080524214.
19. HERSHA, K. S. S. *Principles of Vapor Deposition of Thin Films*. San Jose: Elsevier, 2005. ISBN 978-0-08-044699-8.
20. <http://www.chem.agilent.com/> [online]. 2015 [cit. 2015-July-05]. Dostupné z: <http://www.chem.agilent.com/en-US/products-services/Instruments-Systems/Vacuum-Technologies/High-Vacuum-Pumps/VacIon-Plus-500/Pages/default.aspx#>
21. <http://www.pfeiffer-vacuum.com/> [online]. 2015 [cit. 2015-juny-05]. Dostupné z: <http://www.pfeiffer-vacuum.com/en/products/turbopumps/magnetically-levitated/hipace-700-m/?detailPdoId=12167&>

## Zoznam skratiek

UHV	<i>Ultra vysoké vákuum (Ultra High Vacuum)</i>
SEM	<i>Skenovací elektrónový mikroskop (Scanning Electron Microscope)</i>
STM	<i>Skenovací tunelovací mikroskop (Scanning Tunneling Microscope)</i>
AFM	<i>Mikroskop atomárnych síl (Atomic Force Microscope)</i>
FIB	<i>Fokusovaný iónový zväzok (Focused Ion Beam)</i>
AES	<i>Spektroskopia augerovských elektrónov (Auger Electron Spectroscopy)</i>
EDS	<i>Spektroskopia energetického rozptylu (Energy Dispersive Spectroscopy)</i>
PVD	<i>Fyzikálna depozícia z plynnej fázy (Physical Vapour Deposition)</i>
GIS	<i>System napúšťania plynu (Gas Injection System)</i>