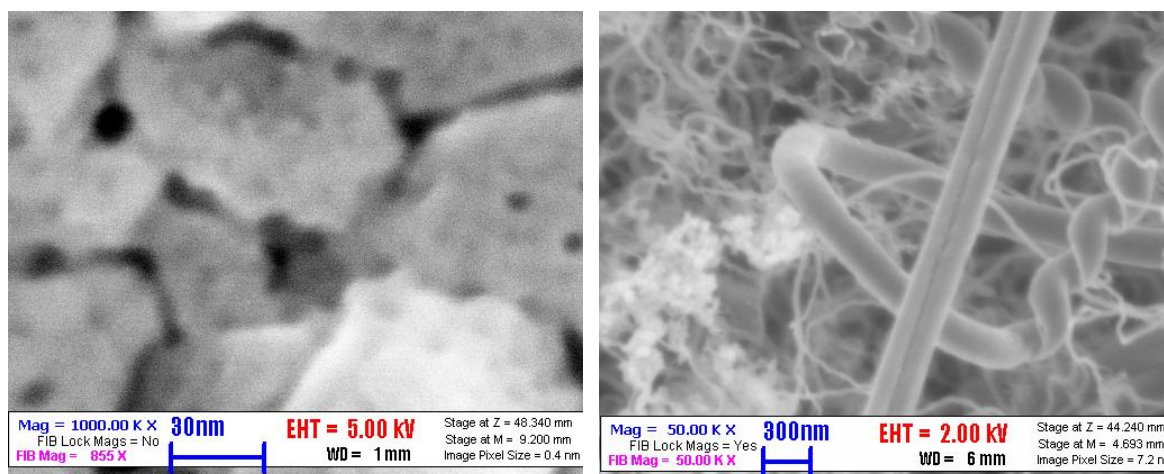


## Részletes jelentés

Az MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet irányultsága a kétezres évek elejétől fokozottan fordult a nanoméreték fizikája és technológiája felé. Fontos lépés volt ezen az úton a pásztázó nanosugaras vizsgálati és megmunkálási módszerek „hadrendbe állítása”– u.m.

- kisenergiás pásztázó elektronmikroszkópia (LVSEM) és mikroanalízis,
- mikroszkópia és nanoméretekben folytatott marás és mintázatok kialakítása fókuszált ionsugár (FIB) segítségével
- az LVSM és a FIB sugarát felhasználva gázfázisú prekursorok injektálásával (GIS) anyagleválasztás nanoméretekben

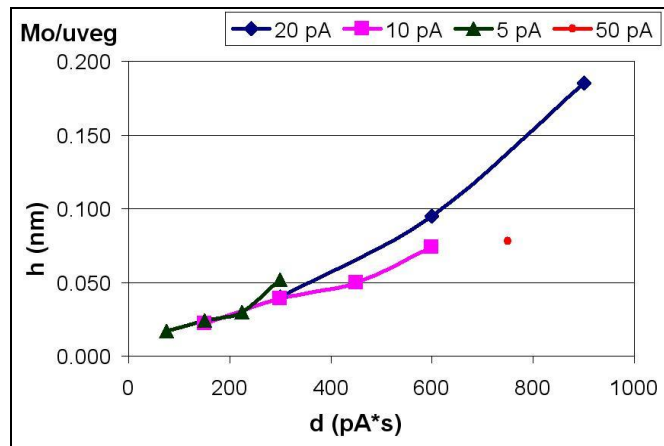
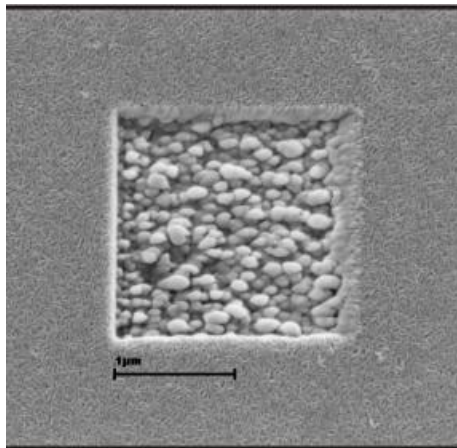


*A LVSEM lehetőségei: milliószoros nagyítás szigetelő Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> szemcséről, és különféle C nanocsövek képei*

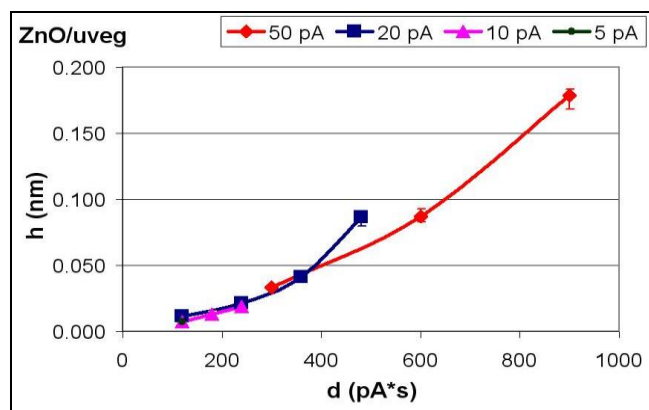
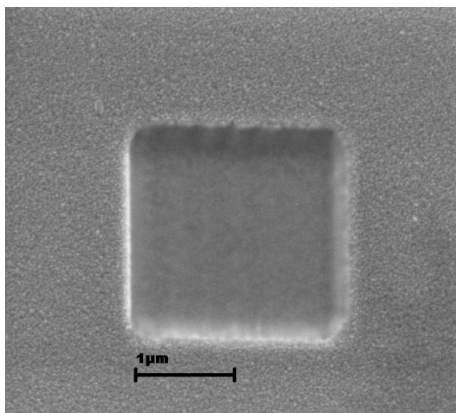
Jelen OTKA pályázat tette lehetővé, hogy mindezen műszer- és módszer-együttest, mely egy LEO 1540XB kereszt sugaras LVSEM-FIB-GIS rendszer beszerzésével, később energiadiszperzív röntgenspektrométerrel (EDS), majd a pályázat utolsó évében nanomanipulátorokkal egészült ki, az installáció után kutatva „vegyük birtokba”. Az eljárások ugyanis nem csak intézetünkben, de hazánkban is újak voltak (sőt a FIB és GIS alkalmazások mindmáig unikálisak), fontos volt tehát egy hozzáértő kutatói kollektíva kialakítása. A pályázat ezenkívül háttérrel biztosított Horváth Enikő „Nanomegmunkálás, elektron- és ionsugaras leválasztás (nano-EBAD és nano-IBAD) és jellemzésük mikroanalitikai és mikroelektromos módszerekkel” című PhD munkájához.

A megvalósulás nyomon követhető a részjelentésekből,- itt csak néhány eredményt emelünk ki.

Vizsgálataink azt mutatták, hogy a napelemgyártásban használt Mo és ZnO ionsugaras megmunkálásánál a porlódási hozam (um<sup>3</sup>/nC) a gyakorlatban csak első közelítésben használható. A kimart anyagmennyiség ugyanis függ a porlasztás olyan paramétereitől mint a marási idő, ionáram, pásztázási sebesség, tehát méréstervezésekhez egy effektív hozamot kell használni, ezen kívül figyelembe kell venni a marás esetleges anizotróp jellegét. A két anyag jellegzetes porlódási képe, és az AFM módszerrel meghatározott marási mélységeik iondózistól való függése láthatók a következő ábrákon:

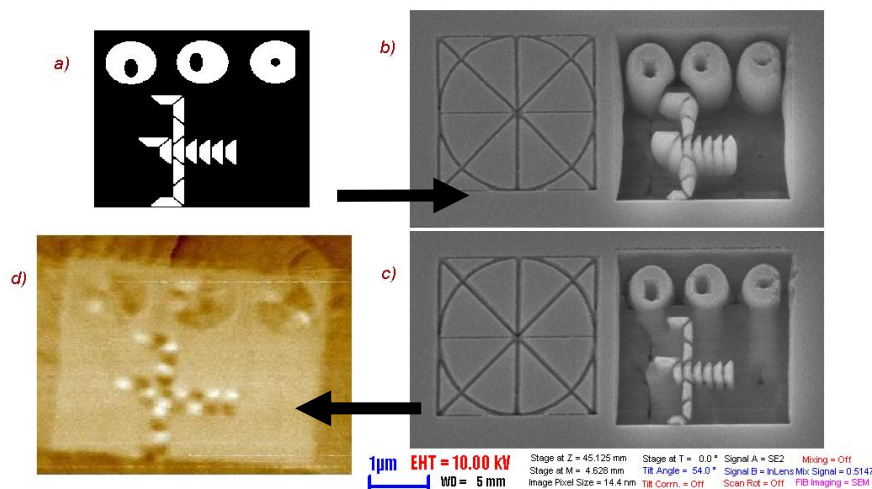


A képen látható a Mo szemcsék anizotróp porlódása a jobbról balra pásztázó ionsugár alatt



A ZnO nem mutat anizotrópiát, csak a mozgó sugár okozta re-depozíció figyelhető meg (a bal szél, ahol a marás befejeződött, mindkét képen élesebb mint a többi, ahova jutott a kiporlódott anyagból)

Az itt kidolgozott módszerrel meghatározva az effektív porlódási hozamokat mód nyílt egyéb kutatások számára egyedi mintázatok kialakítására. A Notre Dame Egyetem vendégkutatóival például mágneses kvantumsejt automaták építő elemeit alakítottuk ki ferromágneses vékonyrétegből:



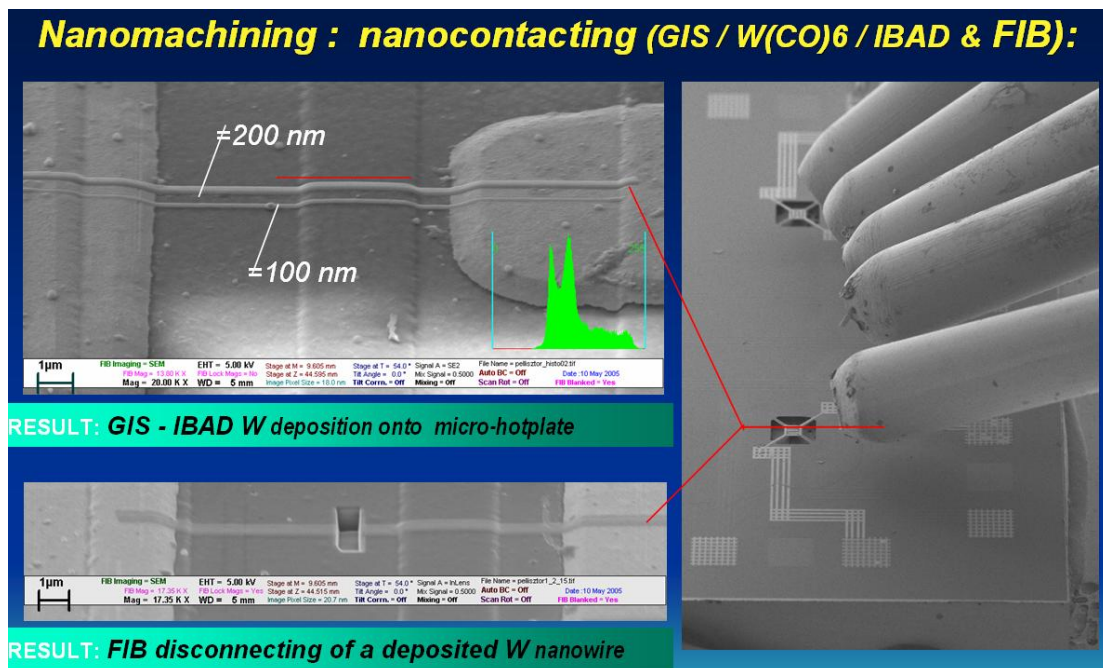
A digitális maszkot (a) a FIB kimarja a permalloy vékonyréteggel borított Si szeletről. Mágneses erő mikroszkópos felvételen látszik, hogy valóban egy-doménos szigeteket alakultak ki (d)

Nanoobjektumok kontaktálása céljából elektron- (EBAD) és ionsugaras (IBAD) leválasztási kísérletsorozatokat végeztünk. Eredetileg fotolitográfiával (PL) kombinált elektronsugaras litográfiával (EBL) kialakított mikrochip felületére terveztük a nanoszál kontaktálását ionsugaras leválasztással (IBAD), meghatározva az ionsugár kritikus dózisékat, mely még nem roncsolja a szálakat. Az idén nyilvánvalóvá vált, hogy a kitűzött cél eléréséhez kiválthatunk több az alábbi egyszerűbb, ugyanakkor költségtakarékosabb megoldások választásával:

(1) Az ismert módszerek közül optimalizálva az adottságainknak legmegfelelőbbet, célszerű egy lépéses, fotolitográfiával kialakított chipre úgy kontaktálni, hogy a szálhoz először) egy áthidaló EBAD kontaktust létesítünk, és ezt kötjük IBAD segítségével a chip elektródájához, ezáltal az EBL kísérleteket fékező Elphy software upgrade-re itt nincs szükség. Ezáltal az ionsugár kritikus dózis-meghatározás fontossága csökken.

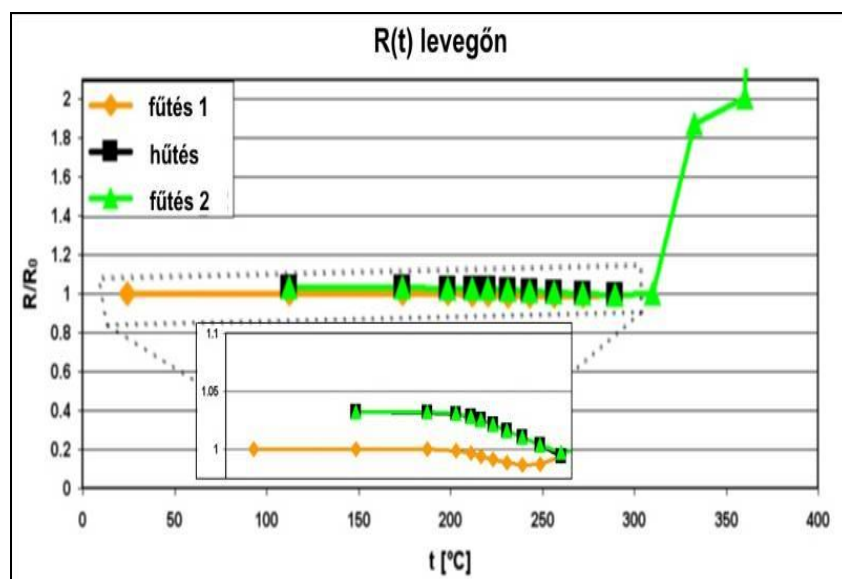
(2) Az Elphy software-nek a LEO kereszt sugaras SEM/FIB/GIS rendszerre történő, az EBAD kísérleteket lehetővé tevő telepítése pedig kiválthatóvá vált a 2006 során használatba vett BRUKER Quantax energiadiszperzív röntgenspektrométer (EDS) rendszer célirányos működtetésével, melyet megfelelő paraméterekkel használva a szükséges – az eredeti koncepcióban foglaltaknál egyszerűbb alakú – EBAD leválasztások, és azok pozicionálása a nanoszálakhoz megoldható.

A deposziós kísérletekhez két, speciális hordozót választottunk: egy külön e célra kialakított és legyártott chipet a törési vizsgálathoz, ill. egy mikropellisztort. Az előbbi 50 µm pontossággal pozicionált törést tesz lehetővé, míg az utóbbi kontaktálási felületeket ill. a későbbi hőfüggő vizsgálatokhoz szükséges fűtőkört tartalmazza. (Mindkét chip az MFA szenzorika osztályán készült.) A törőmintára leválasztott amorf rétegeken megfigyeltük, hogy nem tökéletes hasáb alakúak. A leválasztott rétegek hozama állandó, azaz az időegységre eső leválasztott térfogat állandó.



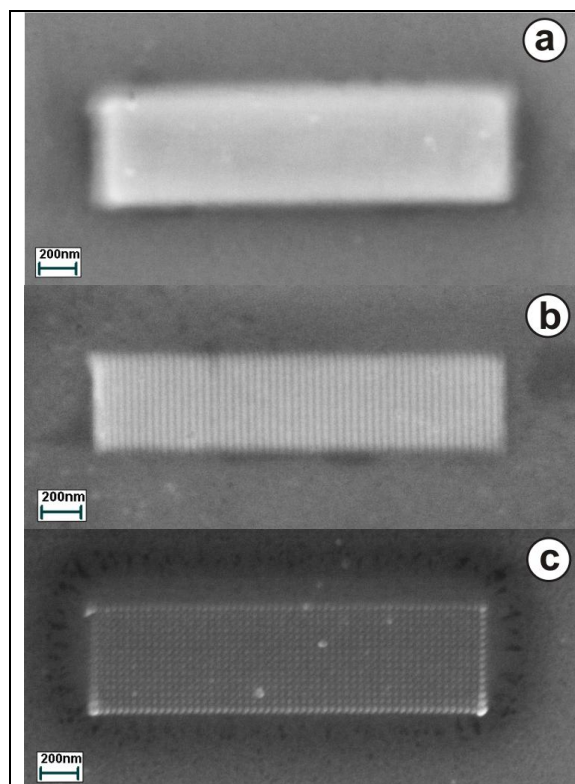
*Mikropellisztorra IBAD leválasztott majd FIB-bel elvágott W nanovezeték. Jobb oldalon a prekursor gázokat a mintára bevezető, programból pozicionálható kapillárisok láthatók a pellisztor chip felett.*

Az amorf W rétegek összetétele a prekursor gáz elemein kívül a Ga-t is tartalmazza. A mikro-pellisztor arany elektródái közé leválasztott W rétegek ohmos vezetést mutattak, fajlagos ellenállásuk értéke megegyezik az irodalomban közölt értékkel.

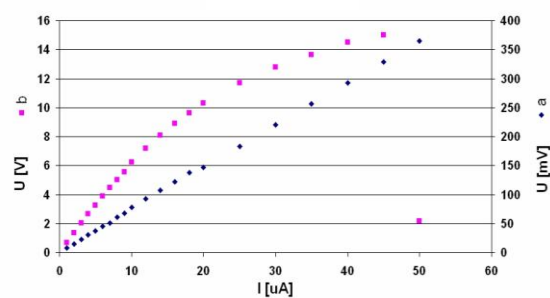


IBAD leválasztott W nanovezeték fűtés/hűtési görbéje

A W rétegek a hőkezelési körülmények befolyásolják a volfrám vezeték ellenállását. Amint azt a kinagyított ábrarészlet mutatja, az in-situ hőkezelt réteg irreverzibilis ellenállás változást mutatott, ami a volfrám kristályok képződésével magyarázható.



Alacsony energiákon, ahol a gerjesztett térfogat a felület közelében helyezkedik el és a nagyszögű elektronszórás dominál, a raszter pontjai összeolvadnak, és a leválasztott réteg sima felület (a).  
Nagy energiákon viszont az előreszórás miatt a gerjesztett térfogat cseppszerű, a felület közelében kisebb átmérőjű, ezért a leválasztott rétegekre a periodikusan változó felület jellemző. (b) és (c).



EBAD nanovezeték nemlineáris I-V karakterisztikája

Az elektronsugárral leválasztott W morfológiája és I-V karakterisztikája

Az IBAD után - a Pt és a W EBAD sebesség meghatározás is beindult, az összehasonlító mérések után a W-ra vonatkozó eredményeket publikáltuk. A leválasztott W rétegek elektromos jellemzéshez egy szilícium egykristályra kialakított Au elektróda rendszert használtunk, aminek egyik jellemzője, hogy az elektródák közötti távolság 1 – 5  $\mu\text{m}$  változik. Az azonos körülmények és paraméterek mellett leválasztott rétegek eltérő vezetést mutattak, ellenállásuk  $\text{k}\Omega$  tól  $\text{M}\Omega$  –ig változott.

A depozíció sebességét és alakját a felületközi szekunder elektron koncentráció látszik döntően befolyásolni, ugyanis

- $E_0 = 1\text{-}10\text{ keV}$  primer elektronsugár energiáig a sebesség nő a minta döntésével (10 keV felett konstans)

- $E_0 = 10\text{ keV}$  alatt a csökkenő energiával a sebesség nő (10 keV felett konstans)

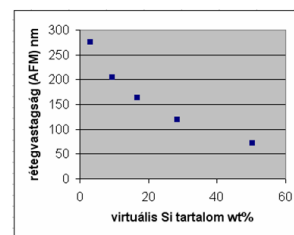
- $E_0 = 10\text{ keV}$  alatt a deponátum laterális mérete nagyobb, mint a sugárátmérő, felette közelíti a sugárátmérőhöz.

Platina EBAD leválasztását in-situ röntgenanalízissel követtük nyomon. Ez lehetővé teszi a réteg tömegvastagságának in-situ nyomonkövetését, valamint a deponált réteg összetételének (Pt: 8-12 at%) és (AFM méréssel kombinálva) vastagságának és sűrűségének (4,2-5,5  $\text{g/cm}^3$ ) meghatározását.

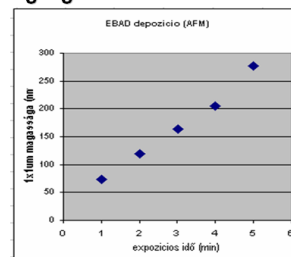
	A	D	E	F	H	I	J	K	L	M	
1											
25				AFM	5keV	7.5 keV	10 keV				
26		36	1	nm							
27				73					wt.fract.	at.fract.	density
28					0.239	0.127	0.090		0.41	0.92	
29					0.332	0.599	0.768		ugkm2	30.00	4.2
30					0.288	0.169	0.088		0.99	0.08	
31											
32			34	2	120				wt.fract.	at.fract.	density
33					0.385	0.223	0.145		0.41	0.92	
34					0.098	0.338	0.570		ugkm2	62.20	5.2
35					0.397	0.299	0.193		0.99	0.08	
36											
37											
38				33	3	164			wt.fract.	at.fract.	density
39					0.340	0.213	0.150		0.35	0.90	
40					0.031	0.192	0.405		ugkm2	90.00	5.5
41					0.437	0.418	0.297		0.65	0.10	
42											
43											
44											
45				32	4	205			wt.fract.	at.fract.	density
46					0.332	0.213	0.116		0.31	0.88	
47					0.028	0.117	0.351		ugkm2	102.00	5.0
48					0.506	0.470	0.350		0.69	0.12	
49											
50											
51				31	5	277			wt.fract.	at.fract.	density
52					0.398	0.269	0.131		0.31	0.89	
53					0.025	0.043	0.217		ugkm2	137.00	4.9
54					0.452	0.522	0.466		0.66	0.11	
55											

**-Időarányos rétegnövekedés** (73->277 nm)  
**Magas karbonkoncentráció** (41-> 31 -> 34 wt%)  
**Változó sűrűség** (4,2-> 5,5 -> 4,9  $\text{g/cm}^3$ )

**Virtuális Si koncentráció** (60-> 2,5 wt%)



--> Az EBAD depozíciós folyamat nyomonkövetése in situ összetétel és vastagság méréssel



Folytatjuk a FIB besugárzási kísérleteket ionkeveredés kísérleti és elméleti vizsgálatához Cr/Si és C/Ni multirétegeken Auger elektronspektroszkópia és TEM bevonásával, változtatva az ionbombázás szögét és a  $\text{Ga}^+$  ionok energiáját, összehasonlítva az eredményt az  $\text{Ar}^+$  és a  $\text{CF}_4^+$  ionok hatásával.

Ezen speciális eredmények után meg kell jegyeznünk, hogy a készülék szolgáltatási szinten – ami csak azért volt lehetséges, mert optimális kihasználását már a garanciális és tanulási periódusban megvalósítottuk – az egész Intézetnek dolgozott, és szerény becsléssel legalább további 16 cikk megjelenését segítette elő.

Összefoglalva elmondható, hogy a csoportnak sikerült egy hazánkban új vizsgálati és preparációs módszert úgy elsajátítani, hogy már a kezdetektől fogva publikálható eredmények

születtek, mind a pályázat eredeti kutatási irányában, mind hazai és nemzetközi kooperációkban, valamint egy hazánkban eddig ismeretlen kutatási infrastruktúrát biztosítani. Három egyetemen (BME, ELTE és KME) veszünk részt az oktatásban, ismertetve a pásztázó elektronmikroszkópia nanotechnológiai vonatkozásait. A szűken vett témában egy PhD dolgozat készült, - miközben legalább 5 PhD további dolgozathoz járultak hozzá.