

TEHNOLOGIJA FOKUSIRANEGA IONSKEGA CURKA (FIB)

Franc Zupanič

Univerza v Mariboru, Fakulteta za strojništvo, Smetanova 17, 2000 Maribor

POVZETEK

Fokusirani ionski curek (FIB) ima premer od 5 nm do nekaj mikrometrov. Ko ga uporabljamo kot mikroskop, je njegova ločljivost nekoliko slabša, kot je ločljivost vrstičnega elektronskega mikroskopa, vendar ima bistveno boljši orientacijski kontrast. Z njim lahko odvezemo ali nanašamo material na izbranih mestih z natančnostjo vsaj 100 nm. Ta značilnost omogoča, da se uporablja v najrazličnejše namene, od popravila elektronskih vezij, preko 3D-mikroskopije, do izdelave najrazličnejših 3D-objektov v nano- in mikrometrskem področju. Kombinacija fokusiranega ionskega curka in vrstičnega elektronskega mikroskopa bistveno izboljša zmogljivosti obeh.

Technology of focussed ion beam (FIB)

ABSTRACT

Focussed ion beam has a diameter between 5 nm and a few micrometers. Its resolution is slightly worse than that of a scanning electron microscope; however, it possesses much better orientation contrast. It allows site-specific sputtering and deposition of materials with precision of at least 100 nm. This ability allows FIB application in different fields: repairing of electronic circuits, 3D-microscopy, 3D-fabrication of objects in nano- and micro regions. The combination of a scanning electron microscope and a FIB provides enhanced capabilities of both.

1 UVOD

Želja po izdelavi čim manjših komponent in njihova natančna postavitev v čim manjša področja je ena izmed gonilnih sil pri razvoju novih tehnologij. Miniaturizacija komponent je bila značilna že za obdobje mikroelektronike, z razvojem nanomaterialov in nanotehnologij pa je še pridobila na pomenu. Z zmanjšanjem velikost sestavnih delov postajajo vedno bolj pomembna tudi orodja, s katerimi jih lahko izdelujemo, obdelujemo, preiskujemo, popravljamo in nadgrajujemo.

Eno izmed takšnih orodij je fokusirani ionski curek, ki ga navadno imenujemo s kratico FIB (iz angl. Focussed Ion Beam). Prvo takšno napravo, ki je imela tekočkovinski izvir ionov, je uspelo izdelati Selingerju in sodelavcem ⁽¹⁾ leta 1979. Pokazali so, da ima ionski curek veliko intenziteto in da ga je mogoče fokusirati. Od takrat naprej poteka hiter razvoj teh naprav, močno pa se večja tudi število področij, na katerih se uporablja.

Fokusirani ionski curek, ki ima premer od 5 nm do nekaj mikrometrov, ima tri glavne naloge:

- odstranjevanje materiala
- nanašanje materiala
- mikroskopiranje

Majhen premer ionskega curka omogoča, da lahko z veliko natančnostjo odstranjujemo material z izbra-

nih mest. To lastnost lahko koristno uporabimo pri mikroobdelavi materialov, izdelavi prečnih prereзов, raziskavi napak na površini oziroma tik pod njo ipd.

Ionski curek lahko povzroči razkroj plinastih molekul, ki se adsorbirajo na površino materiala. Pri tem lahko nastanejo na mestu delovanja ionskega curka izparljive snovi, ki bistveno povečajo hitrost odstranjevanja materiala, ali pa neizparljivi nanosi. Slednji postopek se imenuje nanašanje prevlek z ionskim curkom ali na kratko FIB CVD.

Fokusirani ionski curek lahko uporabljamo tudi kot mikroskop. Za upodobitev navadno uporabimo sekundarne elektrone, ki jih inducira ionski curek, lahko pa tudi sekundarne ione. Ločljivost je nekoliko manjša kot pri vrstičnem elektronskem mikroskopu (med 5 nm in 10 nm), mnogo bolje pa loči med seboj kristalna zrna, ki se razlikujejo v orientaciji (orientacijski kontrast). V sistemih z dvojnimi elektronskim in ionskim curkom (slika 1) lahko primerjamo mikroposnetke, nastale na različne načine, oziroma kar je še boljše: z elektroni opazujemo učinek ionskega curka neposredno med delom.

O fokusiranem ionskem curku obstajata dve kakovostni monografiji^(2,3), ki sta bili izdani v zadnjih letih, in ju zainteresiranim bralcem toplo priporočamo. Kolikor je znano, v slovenščini o FIB-u še ni nobenega članka, zato želimo v tem prispevku najprej prikazati značilnosti zgradbe FIB-a, vrste interakcij ionov s snovjo ter v največji meri možnosti uporabe fokusiranega ionskega curka.

2 ZGRADBA NAPRAVE FIB

Osnovna naprava FIB je zgrajena iz vakuumskega sistema in komore, tekočkovinskega izvira elektronov, ionske kolone, detektorjev, sistema za dovod plinov za nanašanje in računalnika, ki krmili celotno napravo. Njegova zgradba je zelo podobna vrstičnemu elektronskemu mikroskopu. FIB je lahko samostojna naprava, pogosto pa ga vgrajujejo v druge analitične naprave, kot so vrstični elektronski mikroskop (SEM), Augerjev elektronski spektroskop (AES), presevalni elektronski mikroskop (TEM) in masni spektrometer sekundarnih ionov (SIMS). Najpogostejši je sistem z dvojnimi elektronskim in ionskim curkom FIB-SEM (slika 1).

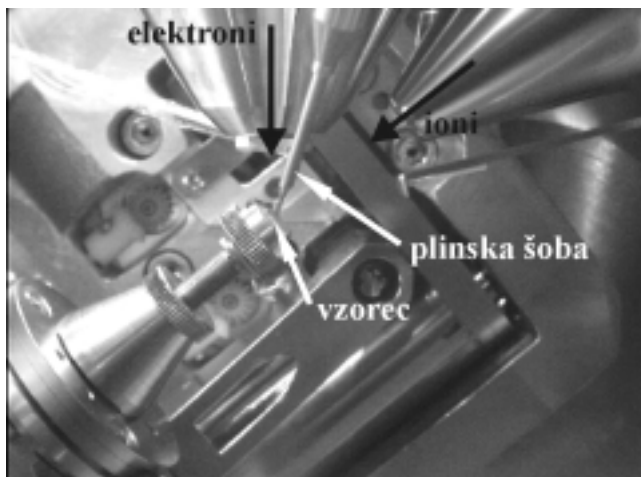
Osnova FIB-a je tekočkovinski izvir ionov (v angl. liquid metal ion source, LMIS). Ta lahko zagotavlja ionski curek s premerom od 5 nm do nekaj mikrometrov. Na sliki 3 je shematičen prikaz ionskega



Slika 1: Naprava z dvojnimi elektronskim curkom Quanta 3D, FEI Company, ki je instalirana v Univerzitetnem centru za elektronsko mikroskopijo Fakultete za strojništvo Univerze v Mariboru

izvira. Volframova igla, ki jo lahko segrevamo, je povezana z rezervoarjem kovine, ki jo ioniziramo. V komercialnih napravah je najbolj razširjen element galij. Razlogov za to je več:

- Galij ima nizko tališče ($T_f = 29,8 \text{ }^\circ\text{C}$), zato je možnost za reakcijo z volframom in za medsebojno onesnaženje tekoče kovine in podlage zanemarljiva.
- Galij ima majhno topnost v volframu, volfram pa v galiju.
- Galij ima pri temperaturi tališča zelo nizek parni tlak, zato ga lahko uporabljamo v čisti obliki (ne kot zlitino) in zato so njegove izgube zaradi izparovanja majhne. Slednje zagotavlja dolgotrajno delovanje (okoli $380 \text{ } \mu\text{Ah/mg}$).

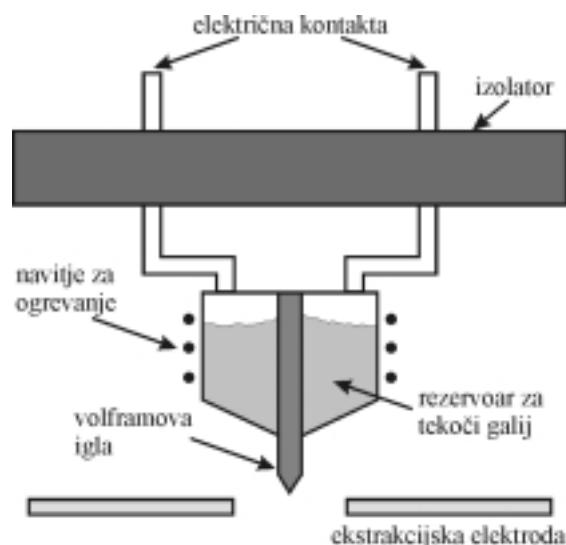


Slika 2: Notranjost komore

- Galij ima zelo majhno površinsko prosto energijo, zato z lahkoto in dobro omoči volframovo podlago.
- Galij ima veliko površinsko napetost, kar omogoča stabilen nastanek ionov pod vplivom visoke električne napetosti.
- Galij zagotavlja veliko kotno intenziteto ionov in majhen raztros energije.

Volframova igla (podlaga) ima valjasto obliko, ki se konča v obliki stožca s polovičnim notranjim kotom okoli 49° , polmer vrha stožca je okoli $10 \text{ } \mu\text{m}$. Med delovanjem tekoči galij omoči podlago, visoka napetost nasprotne elektrode (ekstrakcijske elektrode) pa povzroči, da tekoči galij na konici igle oblikuje tako imenovani Taylorjev stožec, ki pomeni ravnovesno stanje med električnim poljem in površinsko napetostjo galija. Zunanji kot Taylorjevega stožca je $130,7^\circ$, njegova površina pa je ekvipotencialna ploskev. V močnem električnem polju jakosti okoli 10^{10} V/m atomi galija izparevajo z vrha Taylorjevega stožca (poljsko izparevanje) in se ionizirajo. Stabilno delovanje izvira se doseže, če je emisijski tok ionov $1\text{--}3 \text{ } \mu\text{A}$, gostota toka pa je $\approx 10^8 \text{ A/cm}^2$. Izparjeni atomi galija se nadomestijo s tokom galija iz rezervoarja do konice Taylorjevega stožca. Pri stabilnem delovanju izvira so v ionskem curku pretežno le enkrat ionizirani ioni.

Ionski izvir vedno deluje s konstantnim tokom. Pri delu potrebujemo različne tokove; od 1 pA pri izdelavi mikroposnetkov do nekaj deset nanoamperov za grobo odzemanje materiala. Dosežemo jih z ustreznimi zaslonkami, ki prepuščajo le želen ionski tok. Ionski curek usmerjamo in premikamo po površini vzorca z oktopolnimi lečami, s katerimi lahko ionski curek tudi fokusiramo in odpravljamo astigmatizem. V odvisnosti od ionskega toka je premer ionskega curka na površini vzorca med 5 nm in nekaj mikrometri.

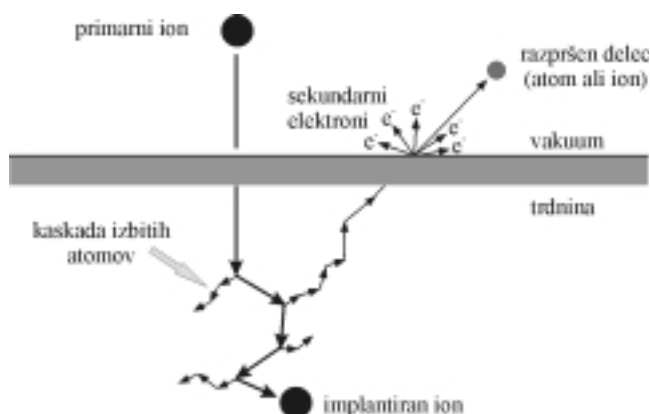


Slika 3: Shema tekočkovinskega izvira ionov

3 INTERAKCIJA IONSKEGA CURKA S TRDNINO

Zmožnost odstranjevanja in nanašanja materiala ter upodabljanja s fokusiranim ionskim curkom FIB je odvisna od narave interakcij ionski curek-trdnina. Nekatero možne interakcije so prikazane na sliki 4. Odstranjevanje materiala je rezultat fizikalnega razprševanja tarče. Razprševanje je posledica več elastičnih trkov, pri katerih se energija vpadnega iona prenese na atome znotraj kaskade izbitih atomov. Atom na površini lahko postane razpršen atom, če prejme kinetično energijo, ki je večja od površinske vezavne energije materiala tarče. Del razpršenih atomov se lahko ionizira. Uporabimo jih lahko za upodobitev s sekundarnimi ioni ali pa za masno analizo. Poleg elastičnih trkov se pojavljajo tudi neelastični, pri katerih nastanejo v tarči fononi, plazmoni in tudi sekundarni elektroni, ki jih uporabljamo za upodobitev. Slednje lahko imenujemo sekundarni elektroni, inducirani z ionskim curkom.

Pri interakciji ionskega curka s trdnino se zmanjšuje kinetična energija ionov, ki se na koncu ustavijo v trdnini; torej se vanjo implantirajo. Simulacija Monte Carlo (SRIM)⁽⁴⁾, ki je prosto dostopna na internetu, omogoča napoved interakcij ionov s snovjo. Simulacija omogoča izračun razpršitvenih koeficientov za poljubne materiale, ki imajo amorfnu zgradbo. Razpršitveni koeficient je najmanjši, če je ionski curek pravokoten na površino ($\theta = 0^\circ$), največji pa je pri kotu $\theta \approx 80^\circ$. Za večino elementov je razpršitveni koeficient pri $\theta = 0^\circ$ med 1 in 10 atomi/ion. Pri kristalnih snoveh se pojavi **kanalski pojav**. Če je smer ionskega curka vzporedna smeri z majhnimi Millerjevi indeksi kristala, je globina penetracije mnogo večja, kot jo napove simulacija Monte Carlo amorfne tarče. V teh smereh bosta mnogo manjša tako razpršitveni koeficient kot tudi število nastalih sekundarnih elektronov. Hitrost odstranjevanja materiala lahko povečamo v nekaterih primerih tudi za deset- in večkrat z uvajanjem reaktivnih plinov, kot so



Slika 4: Možne interakcije ionskega curka s trdnino

Cl_2 , Br_2 , I_2 , XeF_2 in H_2O , ki z atomi tarče na mestih, kamor je usmerjen ionski curek, tvorijo izparljive reakcijske produkte.

Fokusirani ionski curek lahko uporabljamo tudi za nanašanje materiala. Ionski curek lahko povzroči razkroj plinastih molekul, ki se adsorbirajo na površino materiala. Pri tem nastane na površini neizparljiva plast. Postopek se imenuje nanašanje prevlek z ionskim curkom ali na kratko FIB CVD. Najpogostejši kovini, ki ju nanašamo, sta Pt in W. Plina, ki se uporabljata, sta organokovinska spojina $\text{C}_7\text{H}_{17}\text{Pt}$ in volframov karbonil $\text{W}(\text{CO})_6$. Nanosa nista čisti kovini, temveč vsebujeta še ogljik, galij in kisik, vendar imata kljub temu sorazmerno majhno električno upornost, da se lahko uporabljata za električne kontakte v elektronskih vezjih. Uporabljata se tudi za zaščito površin na mestih, kjer odstranjujemo material z ionskim curkom, ter omogočata natančnejše in bolj gladke reze. Prekurzor za ogljik je fenantren ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}$), ki je zelo primeren za ustvarjanje 3D-objektov, ki imajo velikost v nano- in mikrometrskem območju. To je možno tudi s platino, vendar je hitrost nanašanja manjša, velikost objektov pa ne more biti tako majhna kot pri ogljiku. Nanašamo lahko tudi spojine, npr. v elektronskih vezjih izolator SiO_2 .

4 PRIMERI UPORABE

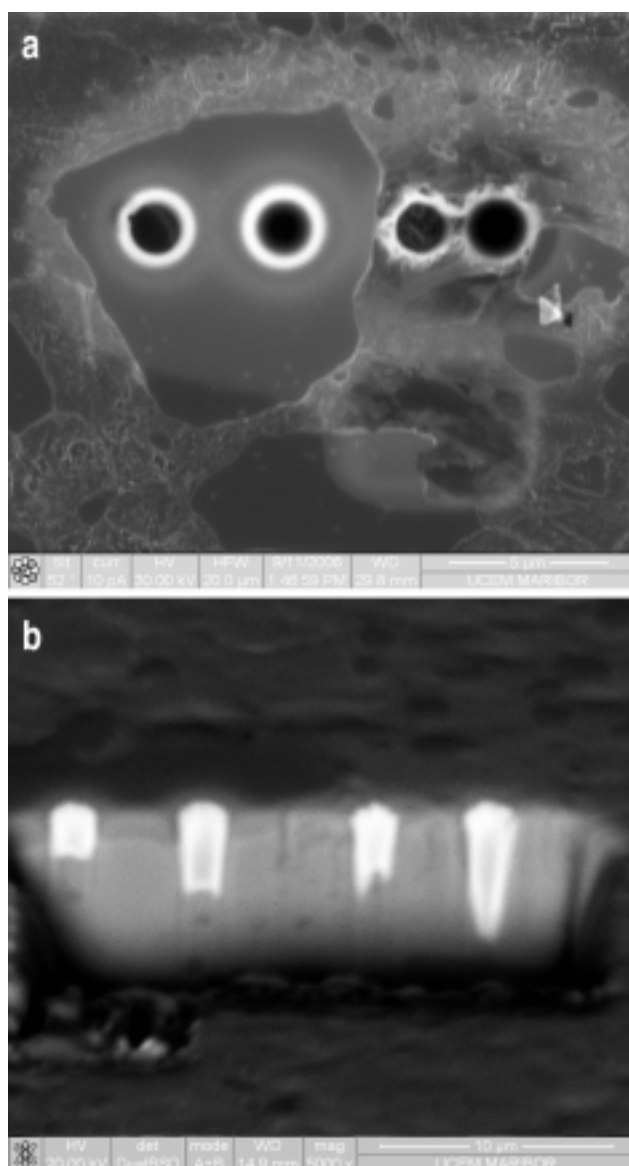
FIB lahko uporabljamo za najrazličnejše naloge. V nadaljevanju bomo opisali predvsem take, ki jih izvajamo tudi sami.

4.1 Mikroobdelava

Pri mikroobdelavi s fokusiranim ionskim curkom odstranjujemo material na točno določenih mestih, da bi izdelali različne izvrtine v materialu, mikroorodja ipd. Prednost FIB-a je, da lahko izdelamo 3D-oblike, slabost proti drugim alternativnim metodam pa je počasnost, saj je hitrost odzemanja materiala majhna (red velikosti $1 \mu\text{m}^3/\text{min}$). Slika 5 prikazuje izvrtine v orodno jeklo, ki vsebuje karbide. V globljih luknjah je pereč problem redepozicija, ki jo lahko zmanjšamo z uporabo reaktivnih plinov.

4.2 Ionski mikroposnetki

Pri mikroskopiranju se moramo zavedati, da ionski curek pri vsakem prehodu raziskovane površine spreminja material in ustvarja artefakte (značilnosti, ki jih vzorec v resnici ni imel). Nastanek kontrasta s sekundarnimi elektroni ali sekundarnimi ioni, ki jih inducira ionski curek, je različen od tistega v elektronskem mikroskopu, zato nam dajejo mikroposnetki drugačne informacije. Na mikroposnetkih izvira kontrast iz:



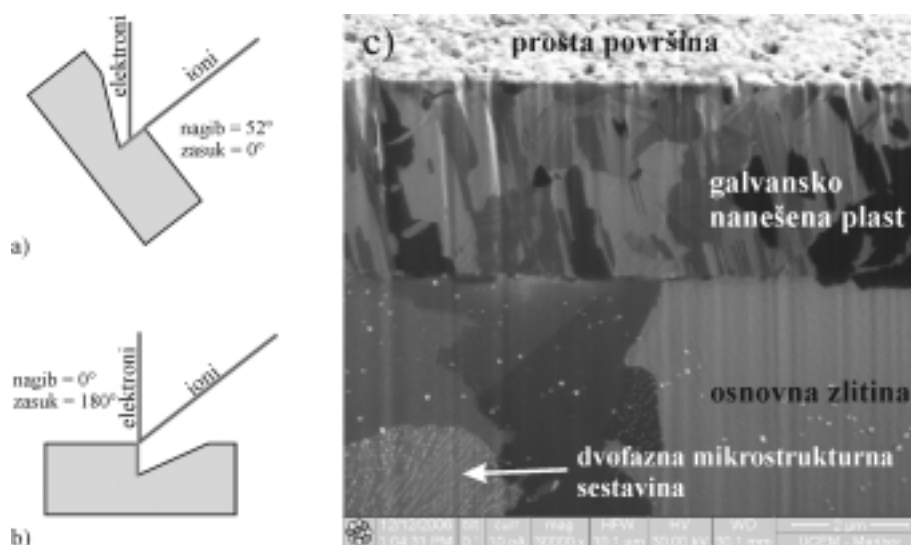
Slika 5: Izdelava lukenj v orodno jeklo, ki vsebuje karbide. Pogled od zgoraj z ioni, b) pogled od strani z elektroni po prečnem rezanju. Zaradi boljšega kontrasta so luknje napolnjene s platino.

- topografskih značilnosti (topografski kontrast)
- neenakih razpršitvenih koeficientov različnih faz (fazni kontrast) in
- razlik v kristalni orientaciji kristalnih zrn z enako kemično sestavo in kristalno zgradbo (orientacijski kontrast)

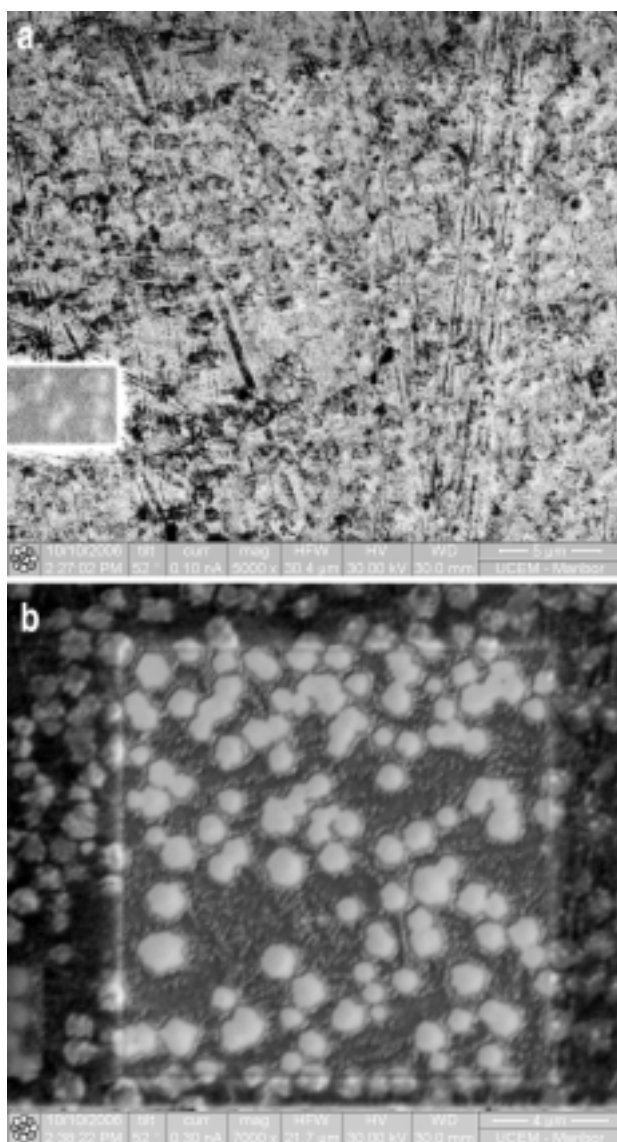
Na neravnih vzorcih nastane mnogo več sekundarnih elektronov na površinah, ki so bolj nagnjene glede na smer ionskega curka. V večfaznih materialih so svetlejše faze, ki imajo večji razpršitveni koeficient, medtem ko se v enofaznih polikristalnih gradivih pojavi kontrast zaradi razlike v orientaciji kristalnih zrn glede na smer ionskega curka – kanalski pojav. Zrna, pri katerih je smer ionskega curka vzporedna s smerjo z majhnimi Millerjevimi indeksi, so temnejša. Na sliki 6 c so vidni vsi naštetni kontrasti.

4.3 Prečni rezi (3D-mikroskopija)

Izredno močno orodje FIB-a je izdelava prečnih rezov. Z njimi odkrijemo površino materiala, ki je drugače skrit očem, saj je pod zunanjo ali metalografsko pripravljeno površino (slika 6 a). Ta metoda je zelo primerna za karakterizacijo napak, ki so na površini ali tik pod njo. Primerna je tudi za karakterizacijo mikrostrukture tik pod površino (primer so trakovi, nastali pri "melt spinningu" ali prahovi), ki jo z drugimi metodami težko ugotovimo. Pri nekaterih materialih je smiselno pred rezanjem zaščititi površino s prevleko iz platine. Slika 6 b prikazuje prevleko galvansko naneseno plast na osnovni zlitini. Kontrast v galvanski prevleki je orientacijski, saj se zelo dobro razločijo med seboj enakoosna kristalna zrna, ki vsebujejo številne dvojčične meje. V osnovni zlitini lahko razločimo različne faze zaradi ustreznega faznega kontrasta. Na prereznani površini lahko izvedemo tudi EDS-analizo. Opazen je tudi topografski kontrast,



Slika 6: Položaj vzorca pri prečnem rezanju (a) in pri opazovanju z ioni (b); dekorativna prevleka rodija na srebrovi zlitini (c)

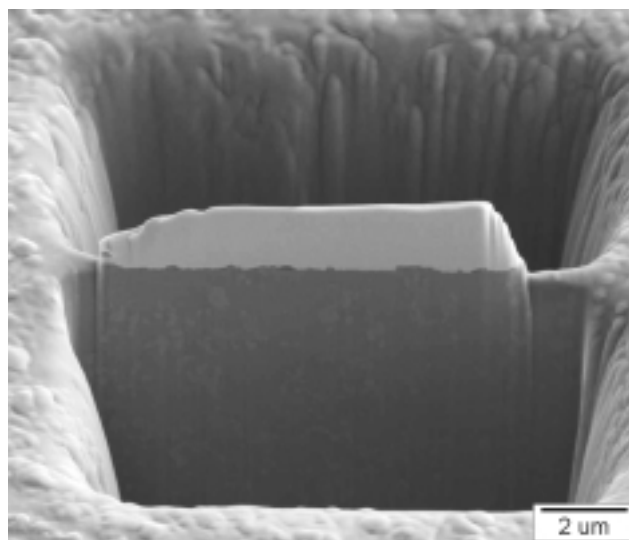


Slika 7: Prosta površina zlitine Al-Mn-Be, ulite v bakreno kokilo a) pred ionskim jedkanjem in b) po njem (tok 0,3 nA, napetost 30 kV, čas 10 min)

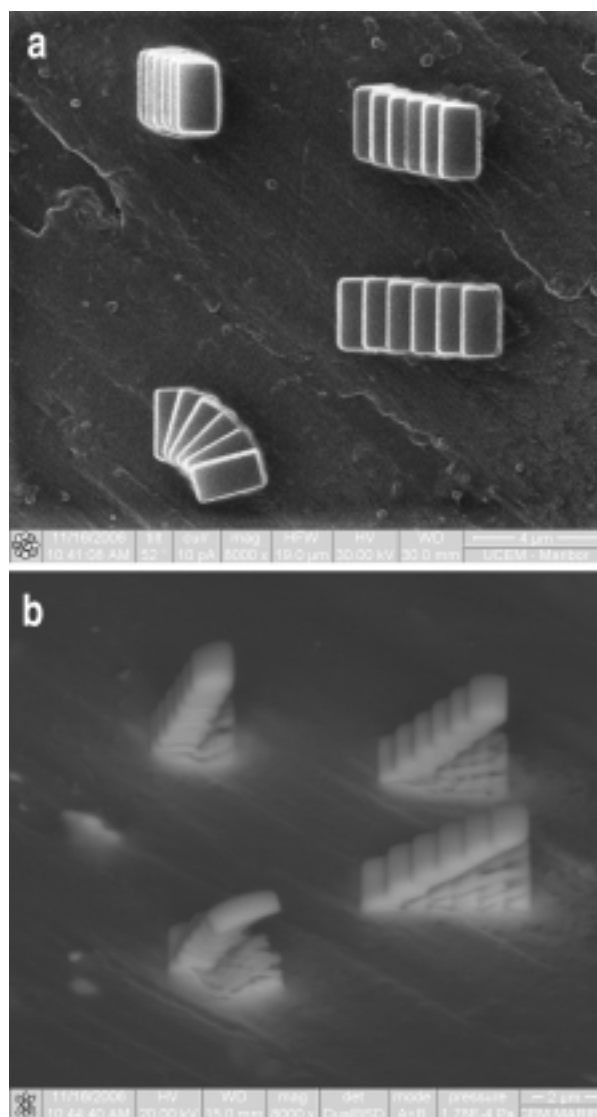
saj je zgornja (prosta) površina svetlejša kot površina prečnega reza.

4.4 Ionsko jedkanje

Pri pripravi kovinskih materialov navadno dobimo ustrezen kontrast s kemijskim jedkanjem, to je z nadzorovanim korozijskim napadom na določene mikrostrukturne sestavine. V nekaterih primerih so potrebna zelo agresivna jedkala, ki pogosto ne dajejo ponovljivih rezultatov ali se zadržijo v določenih špranjah in postopno uničujejo vzorec. V takih primerih lahko FIB uporabimo za postopno in nadzorovano odstranjevanje površinske plasti, da se odkrije mikrostruktura (slika 7). Za doseganje primernega kontrasta je navadno treba odstraniti le nekaj 10 nm debelo plast. Pri močnejšem odstranjevanju lahko



Slika 8: Priprava vzorca za TEM. Površina rezine je prekrita s Pt. Slika prikazuje stanje po dokončnem tanjšanju. Nato rezino pritrdimo na iglo mikromanipulatorja, izrežemo, pritrdimo na TEM-mrežico in ločimo od igle mikromanipulatorja.



Slika 9: Samostoječe mikrostopnice iz nanosa platine: a) navpični posnetek z ioni, b) stranski posnetek z elektroni

nastanejo na površini številni artefakti, ki otežijo interpretacijo mikroposnetkov.

4.5 Izdelava vzorcev za TEM

Ena izmed klasičnih vrst uporabe FIB je priprava vzorcev za TEM. Omogoča izdelavo zelo tankih vzorcev debeline pod 100 nm na točno določenem mestu. Postopek poteka v več stopnjah.

V prvi stopnji na vzorcu, ki je navadno brušen in poliran do stopnje, da se razločijo glavne mikrostrukturne sestavine, določimo mesto izreza in površino zaščitimo z nanosom platine. V drugi stopnji stopničasto odstranjujemo material na obeh straneh izreza s fokusiranim curkom galijevih ionov do globine okoli 5 μm (slika 8). Ker pri grobem odstranjevanju uporabljamo velike tokove ionskega curka (5–20 nA) in nastane neravna površina, je potrebno glajenje z manjšimi tokovi, dokler ne dosežemo želene debeline. V naslednjem koraku vzorec pritrdimo s Pt na tanko iglo manipulatorja in ga izrežemo. Nato vzorec pritrdimo na bakreno mrežico prav tako s Pt, medtem ko povezavo z iglo mikromanipulatorja prekinemo. Mrežico s pritrjenim vzorcem prenesemo v TEM. Če vzorec ni dovolj tanek, ga lahko še dodatno stanjšamo.

4.6 Izdelava 3D-objektov

Z nanašanjem predvsem ogljika iz fenantrena ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}$) se lahko izdelajo najrazličnejši 3D-objekti, npr. vzmeti debeline 100 nm. Hitrost rasti ogljika je zelo velika, tudi do 10 $\mu\text{m}/\text{min}$, kar je bistveno več kot

pri drugih snoveh, ki jih nanašamo. Slika 9 prikazuje različne prostostoječe mikrometrške stopnice, narejene z nanašanjem Pt. Kompleksnejše oblike se lahko izdelajo s kombinacijo nanašanja plasti in mikroobdelave. Novejše naprave omogočajo izdelavo 3D-objektov na podlagi načrtov 3D-CAD.

5 SKLEP

Sodobni fokusirani ionski curek omogoča odvzemanje in nanašanje materiala na točno določenih mestih ter tudi mikroskopiranje. Večinoma se uporablja skupaj z vrstičnim elektronskim mikroskopom kot sistem z dvojnimi elektronskim in ionskim curkom, katerega temeljna prednost je, da lahko z elektroni neposredno opazujemo delovanje fokusiranega ionskega curka. Čeprav se še vedno največ uporablja za popravilo elektronskih vezij, se njegova uporaba širi na najrazličnejša druga področja, kot so kovinski, keramični, polimerni in kompozitni materiali, geologija, umetnost, biologija, forenzika, če omenimo samo najpomembnejša.

6 LITERATURA

- ¹R. L. Selinger, J. W. Ward, V. Wang, R. L. Kubena, Appl. Phys. Lett. **34** (1979), 310
- ²J. Orloff, M. Utlant, L. Swanson: High Resolution Focused Ion Beams, FIB and Its Applications, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2003
- ³L. A. Giannuzzi, F. A. Stevie (urednika): Introduction to Focused Ion Beams; Instrumentation, Theory, Techniques and Practice, Springer-Science + Business Media LLC, 2005
- ⁴J. Ziegler, www.srim.org