

UTILIZAÇÃO DOS FEIXES DE ÍONS FOCALIZADOS DE GÁLIO E HÉLIO PARA DESENHOS LITOGRÁFICOS DE PADRÕES METROLÓGICOS EM AMOSTRA DE SILÍCIO

Matheus Costa Ximenes

José Brant de Campos

Suzana Bottega Peripolli

Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rua São Francisco Xavier, 524, Maracanã, Rio de Janeiro – RJ

matheus.costa.ximenes@gmail.com

brant@uerj.br

speripolli@gmail.com

Braulio Soares Archanjo

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia, Av. Nossa Senhora das Graças, 50, Xerém, Duque de Caxias – RJ

bsarchanjo@inmetro.gov.br

Resumo. Este trabalho relata nanopadronagens com matrizes quadradas periódicas desenhadas por feixe de íons focalizados de Gálio e Hélio em amostra de Silício, posteriormente analisados em microscópio de feixe de elétrons. Esse procedimento pode ser usado como uma ferramenta metrológica para comparar diferentes tipos de fontes de feixes de íons e diferentes equipamentos, contribuindo para o desenvolvimento da microscopia iônica e eletrônica em geral, gerando assim uma maior precisão para a análise de nanoestruturas. Para fazer isso, utilizou-se a capacidade de pulverização catódica de um microscópio de feixe de íons de feixe triplo para desenhar inicialmente um padrão de quadrados periódicos com o feixe de gálio e em seguida um padrão intersticial ao padrão anterior com o feixe de hélio. Esses defeitos foram analisados por meio de microscopia eletrônica de varredura de alta resolução. A relação entre a metrologia, a nanopadronagem e a nanofabricação é discutida sob o ponto de vista da sua importância e da inter-relação entre os temas para o desenvolvimento de produtos envolvendo a nanotecnologia.

Palavras chave: Nanotecnologia. Nanometrologia. Nanopadronagem. Microscopia de Feixe de Hélio. Pulverização Catódica.

1. INTRODUÇÃO

Nanotecnologia refere-se a qualquer tecnologia que é implementada em nanoescala e tem aplicações no mundo real. É definido como o controle ou reestruturação da matéria nos níveis atômico e molecular na faixa de tamanho de 1 a 100 nm. (Brushan, 2017) A nanotecnologia é um avanço nas tecnologias existentes se tratando de uma área promissora e significativa, sendo a fronteira de pesquisas científicas, tendo como principais desafios a geração de imagens, manipulação, fabricação e aplicação de sistemas em escala nanométrica (Yao, 2007).

A metrologia é a ciência que engloba todos os aspectos teóricos e práticos relativos à medição, qualquer que seja a incerteza de medição e o campo de aplicação, já a nanometrologia refere-se a medições com precisões ou incertezas na faixa de tamanho nanométrica. Usualmente a nanometrologia é utilizada para procedimentos de calibração de vários equipamentos de microscopia, provendo rastreabilidade a microscópios de varredura, transmissão, de força atômica ou qualquer outro tipo de equipamento que atinjam essa escala (Couceiro, 2013).

Um instrumento importante que atende com êxito aos desafios nanotecnológicos e nanometrológicos, é o microscópio de feixe de íons focalizados (FIB - *focused ion beams*). Essa tecnologia oferece oportunidades inigualáveis de remoção ou deposição direta de material em uma superfície sólida, podendo isso ser realizado em dimensões de escalas nanométricas. Um sistema de feixe de íons focalizado combina capacidades de imagem semelhantes às de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com uma ferramenta de usinagem de precisão, isso torna viável uma ampla gama de aplicações em ciência de materiais e nanotecnologia (Yao, 2007). A preparação de amostras específicas, como a de confecção de lamelas finas a serem utilizadas na microscopia eletrônica de transmissão, é provavelmente o uso mais comum das ferramentas de feixe de íons focalizadas, embora haja usos para geração de imagens com elétrons secundários produzidos pelo feixe de íons, tomografia 3D, nanofabricação de dispositivos, fabricação de nanopadrões, dentre outros (Goldstein, 2018).

Instrumentos FIB que são utilizados em pesquisas e ambiente de desenvolvimento são comumente constituídos de duas colunas de emissão: uma de emissão de feixe de elétrons e outra de emissão de feixe de íons. Esse tipo de microscópio FIB é conhecido como de feixe duplo FIB-MEV, sendo que a coluna FIB mais comum possui como fonte emissora de íons, uma agulha de tungstênio revestida por Gálio líquido. A fonte que utiliza metal líquido para emissão de íons é denominada pela literatura, como fonte de íons de metal líquido (LMIS – *Liquid Metal Ion Source*). Outros

tipos de fontes estão crescendo sua popularidade, são os casos das fontes de íons de campo de gás (GFIS – *Gas Field Ion Source*), que normalmente utiliza o gás Neônio (Ne) ou Hélio (He) e das fontes de íons de plasma, que normalmente utiliza o Xenônio (Xe) (Bauerdik, 2018).

Os sistemas FIB mais modernos utilizam uma fonte de metal líquido, fonte de gás de campo ou uma fonte de plasma para produzir feixes de íons com corrente variável, sendo em sua maioria de feixe duplo ou triplo. O presente trabalho utilizou-se de um microscópio de feixe de íons focalizados de feixe triplo, tal microscópio contém duas colunas de emissão de íons: uma mais tradicional com fonte íons de metal líquido, emite íons de Gálio e outra com fonte de íons de campo de gás conseguindo ser utilizado individualmente nessa coluna tanto o gás Neônio quanto o gás Hélio. Um FIB de feixe triplo possui as mesmas características de um duplo feixe tradicional, no entanto quem faz a função do feixe de elétrons é o feixe de íons com fonte de gás, podendo ele ser responsável por imagens com qualidades e resoluções altíssimas, podendo ser superiores quando comparado a imagens de um MEV dedicado (Bauerdik, 2018).

Enquanto o feixe de elétrons dificilmente afeta a superfície da amostra, as partículas pesadas do feixe de íons penetram mais profundamente dentro da rede, expulsando os átomos à medida que vão incorporando-os na amostra. Correntes relativamente baixas de feixe de íons são capazes de remover átomos superficiais de uma maneira muito precisa e controlada, sendo possível fazer cortes muito pequenos ou fazer grandes seções transversais, tudo sem alterar significativamente a composição química ou estrutural da amostra, em um processo denominado de pulverização catódica (Yao, 2007).

Pulverização catódica ou *Sputtering* é um processo de remoção física de material em que átomos ou moléculas são arrancados da superfície da amostra devido à transferência de energia em colisões elásticas entre o feixe de íons e átomos localizados na superfície do material. O feixe de íons pode ser usado para gravar e fresar praticamente qualquer material, com pouca ou nenhuma preparação de amostra (Yao, 2007).

A capacidade do feixe de íons de arrancamento controlado de átomos da amostra por pulverização catódica faz dele um instrumento extremamente útil na área de metrologia, associando assim a nanotecnologia e a nanometrologia de forma a levar a tecnologia atual aos seus limites (Postek, 2011).

A principal vantagem do FIB para nanopadronagem se mostra em comparação com a dispendiosa e complexa técnica litográfica de feixe de elétrons que requer numerosas etapas. O FIB apresenta flexibilidade em sua padronização, ela é local e direta, podendo ser realizada em apenas um passo. No entanto, quando o pesado feixe de íons incidente, bombardeia a superfície de um substrato, fenômenos complexos são produzidos pelo mesmo: deposição, pulverização catódica e implantação, tudo isso ocorrendo simultaneamente (Benkouider, 2013).

Neste estudo investigamos a influência de defeitos provocados pelos feixes de íons de gálio e hélio em silício comparando de maneira metrológica se realmente um microscópio de feixe de íons oferece os padrões programados.

2. METODOLOGIA

2.1. Instrumentos

A geração dos desenhos litográficos dos padrões foi realizada em um microscópio de feixe de íons com fonte de gás de feixe triplo (FIB *Triple Beam*, gálio, hélio e neônio) Zeiss *HIM Orion NanoFab* da DIMAT (Divisão de Metrologia de Materiais) no Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro).

A obtenção das imagens macro da região de trabalho para localizar o padrão na amostra antes da sessão de MEV, foi realizada um microscópio óptico, o *Digital Microscope HD Color CMOS Sensor*, magnificação máxima de 1000x.

Para a observação dos defeitos produzidos pela nanolitografia foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão por campo (MEV-FEG), o *Jeol JSM-7100F Thermal field emission electron microscope* do Laboratório Multiusuário de Nanofabricação e Caracterização de Nanomateriais (NANOFAB), da Universidade do Estado do Rio de Janeiro.

2.2. Preparação de Amostra

As amostras em que foram desenhados os nanopadrões litográficos eram de Si monocristalino da marca Czochralski orientado (100), com polimento em uma das faces. Antes da inserção na câmara dos microscópios FIB, foi realizada uma limpeza com álcool isopropílico e fixada no porta amostra com fita de carbono (Echin, 2009).

2.3. Experimento em Silício

Com o uso do FIB de feixe triplo, foram desenhados em uma amostra de silício de orientação cristalográfica 100 e de dimensões aproximadas de 10mm x 8mm, uma cruz de calibração e dois nanopadrões. Os nanopadrões litográficos estão descritos abaixo e apresentado esquematicamente na Fig. 1 (esquerda).

a) Padrão desenhado utilizando-se o feixe de íons de gálio (Ga^+), localizado aproximadamente no centro da amostra. O padrão foi desenhado em uma área de 0,5mm x 0,5mm, sendo desenhados 121 quadrados com 1,5 μm de lado, distando entre eles isometricamente 50 μm , contados a partir de sua extremidade superior esquerda. Quatro cruces de

50 μ m x 50 μ m foram desenhadas no entorno do padrão para facilitar sua identificação. Foi utilizada uma dosagem de 6x10¹⁷ cm⁻² para as varreduras do feixe de Gálio.

b) Padrão desenhado utilizando-se o feixe de íons de hélio (He⁺): localizado em um dos espaços do padrão anterior, mais precisamente, na última linha da primeira coluna, o padrão foi desenhado em uma área de 5,5 μ m x 5,5 μ m, sendo desenhados 289 quadrados com 9nm de lado, distando entre eles isometricamente aproximadamente 340nm, contados a partir de sua extremidade superior esquerda. Foi utilizada uma dosagem de 6x10¹⁷ cm⁻² para as varreduras do feixe de Hélio.

Em outra etapa, foi localizado o padrão feito pelo feixe de íons de gálio na amostra com o microscópio óptico e em seguida analisado com o microscópio eletrônico de varredura. As imagens do MEV-FEG do padrão feito pro feixe de gálio foram adquiridas usando uma energia de aceleração de 5 keV e distância de trabalho de 4,0 mm e as imagens do MEV-FEG do padrão feito pro feixe de hélio foram adquiridas usando uma energia de aceleração de 0,5 keV e distância de trabalho de 1,7 mm.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A amostra de Silício sofreu uma fratura ao ser retirada do microscópio de feixe de íons, mas com o uso do microscópio óptico pode-se observar a posição do nanopadrão gravado pelo feixe Gálio, é possível notar que o padrão desenhado não sofreu nenhum dano devido à fratura. A Figura 1 (direita) uma mostra imagem adquirida a partir desse microscópio.

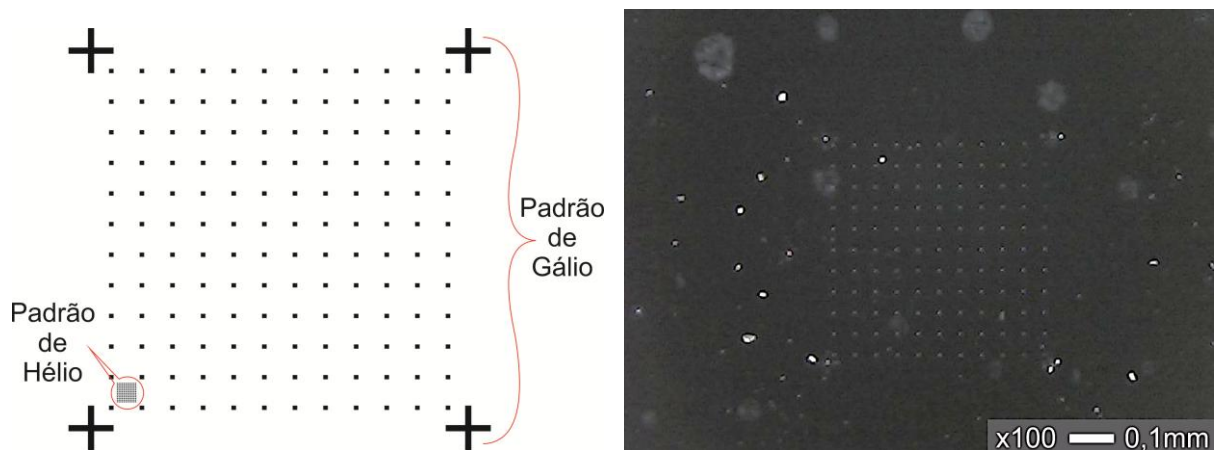


Figura 1. Desenho esquemático dos nanopadrões litográficos (esquerda) e imagem de microscopia óptica do padrão litografados pelo feixe de Gálio na amostra (direita)

A Figura 2 mostra a extensão total do padrão desenhado pelo feixe de íons de gálio, onde é possível observar todos os padrões quadrados escavados.

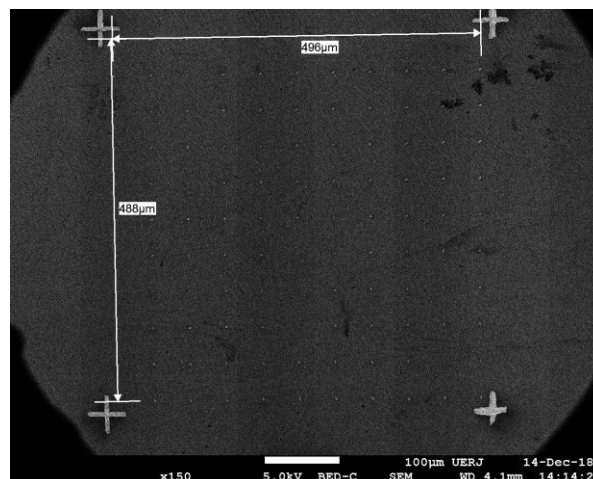


Figura 2. Imagem obtida a partir do MEV-FEG contendo a extensão total do padrão desenhado pelo feixe de gálio

A Figura 3 (esquerda) mostra uma imagem adquirida pelo MEV-FEG, onde é possível observar a distância linear entre duas marcações feitas pelo FIB com o feixe de gálio seja ela no eixo x ou no eixo y, a Fig. 3 (direita) mostra uma imagem uma imagem adquirida pelo MEV, onde é possível observar a distância linear interna de uma das marcações feitas pelo FIB com o feixe de gálio.

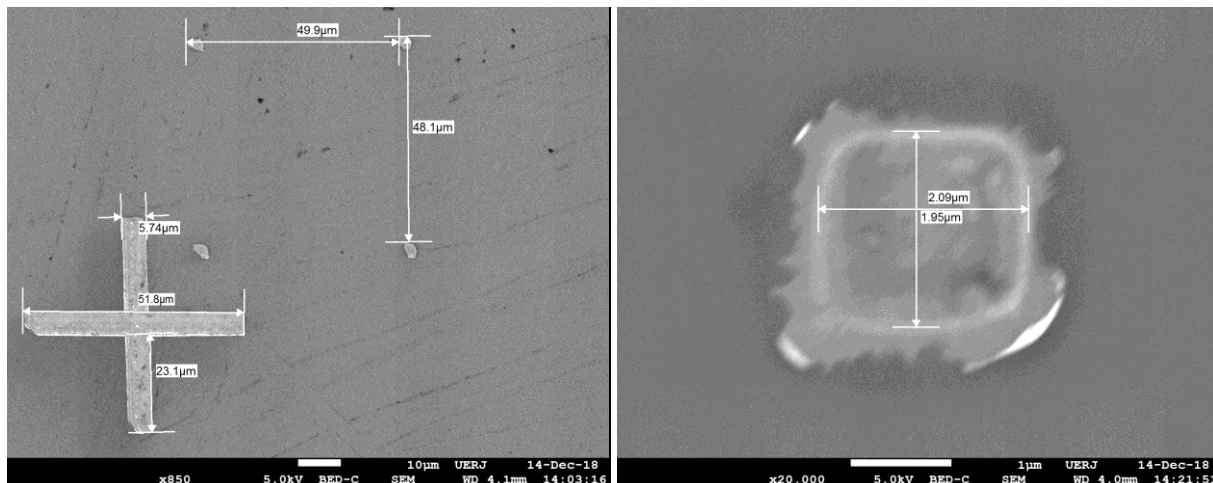


Figura 3. Imagens obtidas a partir do MEV-FEG contendo medidas de distância linear entre duas marcações do padrão desenhado pelo feixe de gálio (esquerda) e medidas de distância linear internas de apenas uma marcação do mesmo padrão (direita)

Nota-se em todas as imagens apresentadas até aqui que as medidas adquiridas estão bem próximas ao que foi programado para escavação no FIB, porém apenas algumas ficaram no formato programado (quadrado). Na imagem da Figura 3 (esquerda) observa-se extremidades dos quadrados bem fora do planejado, dando ênfase a uma melhor definição nos vértices onde o feixe de íons inicia a escavação e onde ele termina. Tal fato também pode ser observado na cruz, onde os vértices inferiores esquerdos estão arredondados.

A Figura 4 (esquerda) mostra a extensão total do padrão desenhado pelo feixe de íons de hélio, é possível observar quase em sua totalidade, excetuando-se de uma linha, os quadrados escavados. A Figura 4 (direita) mostra uma imagem adquirida pelo MEV, onde é possível observar a distância linear entre duas marcações feitas pelo FIB com o feixe de hélio seja ela no eixo x ou no eixo y.

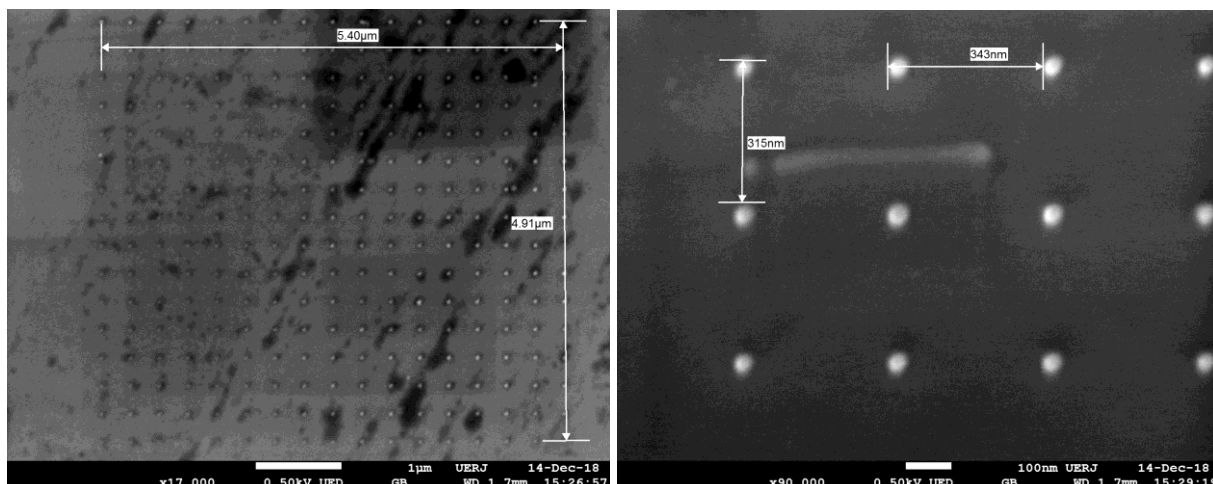


Figura 4. Imagens obtidas pelo MEV-FEG dos nanopadrões, contendo a extensão total no eixo x do padrão desenhado pelo feixe de hélio (esquerda) e medidas de distância linear entre duas marcações do mesmo padrão (direita)

Devido às fontes de gás gerarem íons de tamanho e massa atômica inferior, quando comparados aos das fontes de metal líquido, seu dano à amostra é reduzido e consequentemente também é reduzido a taxa de pulverização catódica da amostra, isso prejudica a velocidade do fresamento de uma amostra, porém aumenta a precisão. A taxa de pulverização

catódica do hélio é duas ordens de magnitude menor que o gálio em energias de feixe comparáveis, assim, o feixe de hélio agride de forma bem mais suave a amostra podendo realizar marcas em escalas bem menores (Jones, 2013).

Uma amostragem de 40 medições entre duas das escavações da Fig. 2 e Fig. 4 foi coletada, sendo 20 verticais e 20 horizontais em cada imagem. Obtendo-se assim a distância média e o desvio padrão, respectivamente 48,90µm e 1,28µm para o feixe de Gálio e 334nm e 13nm para o feixe de Hélio. Dividindo a distância média pelo valor programado tem-se uma diminuição na distância entre as escavações de 2,2% para o Gálio e de 1,7% para o Hélio.

Novamente, pode-se perceber que a programação da máscara realizada no FIB para os feixes de gálio e hélio, ao ser aplicada na amostra e analisada, se portou com dimensões parecidas às medidas feitas pelo MEV-FEG.

A observação da região padronizada usando um equipamento MEV-FEG é comprometida quando doses menores são usadas ou quando a distância entre os pontos é reduzida, que é o caso do padrão de feixe de hélio. Em um trabalho futuro, pode ser mais fácil observar os padrões, nessas condições, usando um aparelho de microscopia de força atômica (AFM) (Archanjo, 2011).

4. CONCLUSÃO

Usando a Técnica FIB, geramos defeitos em uma amostra de silício na forma de um padrão, onde foi possível uma análise metrológica, utilizando-se o microscópio MEV. Isso pode ser usado como uma ferramenta metrológica para comparar diferentes máquinas FIB e MEV, podendo contribuir para o desenvolvimento dos equipamentos, além de ser um pontapé inicial para criação de padrões metrológicos de calibração para ambos os aparelhos, que em escala nanométrica são escassos (Archanjo, 2011).

Em suma, foi demonstrado neste estudo que a escrita direta em padrões no silício via feixe de íons de gálio e hélio pode fornecer novos resultados metrológicos, podendo este fato, contribuir bastante para o desenvolvimento da nanotecnologia para materiais.

Tendo em mente trabalhos futuros, novos padrões poderão ser feitos a partir dos feixes de Gálio e Hélio, variando-se a dosagem, a voltagem de operação, o número de passadas do feixe em uma determinada região e o formato do padrão. A adição de padrões escavados por feixe de Neônio poderá ser executado, já que o FIB utilizado possui essa possibilidade, aumentando consideravelmente sua abrangência. Finalizando, para uma melhor análise dos padrões pode ser utilizada a técnica de microscopia de força atômica.

5. AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao Inmetro por ter disponibilizado o FIB de feixe triplo para o presente trabalho.

Agradecemos ao Nanofab, especialmente ao Dr. Vitor e ao Dr. Hirschel por terem disponibilizado e operado o MEV-FEG para o presente trabalho.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

6. REFERÊNCIAS

- Archanjo, B. S. et al., 2011. "Ion beam nanopatterning and micro-Raman spectroscopy analysis on HOPG for testing FIB performances". *Ultramicroscopy*, Vol. 111, p. 1338-1342.
- Bauerdik, S., 2018. "Nanofabrication using focused ion beams". *Microscopy and Analysis*, Vol. 153, p. 11-13.
- Benkouider, A. et al., 2013. "Ultimate nanopatterning of Si substrate using filtered liquid metal alloy ion source-focused ion beam". *Thin Solid Films*, Vol. 543, p. 69-73.
- Brushan, B., 2017. *Springer Handbook of Nanotechnology*, Springer, 4ª edição.
- Couceiro, L. B., 2013. *Sistema Interferométrico Primário para Medidas de Comprimento e Aplicações em Nanometrologia*. Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 108 f.
- Damasceno, J. C., 2013. "Nanometrologia - desafios para a regulação sanitária". *Visa em Debate*, Vol.1, p. 104-114.
- Echin, P., 2009. *Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer. 1ª edição.
- Goldstein, J. I. et al., 2018. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer. 4ª edição.
- Joens, M. S. et al., 2013. "Helium Ion Microscopy (HIM) for the imaging of biological samples at sub-nanometer resolution". *Scientific Reports*, Vol. 3, nº 3514.
- Postek, M. T., 2011. "Review of current progress in nanometrology with the helium ion microscope". *Measurement Science and Technology*, Vol. 22, nº 24004.
- Yao, N., 2007. *Focused Ion Beam Systems: Basics and Applications*. Cambridge. 1ª edição.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

USE OF FOCUSED ION BEAM OF GALLIUM AND HELIUM FOR LITHOGRAPHIC DRAWINGS OF METROLOGICAL PATTERNS IN A SILICON SAMPLE

Matheus Costa Ximenes

José Brant de Campos

Suzana Bottega Peripolli

Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rua São Francisco Xavier, 524, Maracanã, Rio de Janeiro – RJ – Cep 20550-900

matheus.costa.ximenes@gmail.com

brantjose@gmail.com

speripolli@gmail.com

Braulio Soares Archanjo

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia, Av. Nossa Senhora das Graças, 50, Xerém, Duque de Caxias – RJ

bsarchanjo@inmetro.gov.br

Abstract. *This work reports nanopatterns with periodic square matrices drawn by focused ion beam of Gallium and Helium in a sample of Silicon, later analyzed in electron beam microscope. This procedure can be used as a metrological tool to compare different types of sources of ion beams and different equipment, contributing to the development of ionic and electronic microscopy in general, thus generating a greater precision for nanostructures analysis. To do this, the sputtering capacity of a triple ion beam microscope was used to initially draw a pattern of periodic squares with the gallium beam and then an interstitial pattern to the previous pattern with the helium beam. These defects were analyzed by means of high-resolution scanning electron microscopy. The relationship between metrology, nanopatterns and nanofabrication is discussed in terms of its importance and the interrelationship between the topics for the development of products involving nanotechnology.*

Keywords: Nanotechnology. Nanometrology. Nanopatterns. Helium Ion Beam Microscopy. Sputtering .

RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.