

基于多层膜光栅的 AFM 探针结构表征研究

吴子若, 蔡燕妮, 王星睿, 张龙飞, 邓 晓, 程鑫彬, 李同保

(同济大学 物理科学与工程学院, 上海 200092)

摘要: 原子力显微镜是微纳米测量领域主要测量工具之一。由于原子力显微镜探针不可能无限尖锐, 使得测量图像包含了一部分探针信息, 这是其图像失真的一大影响因素。通过获取探针形状和尺寸, 可以有效去除测量图像的“探针效应”从而提升准确度。文中以研制良好样品内一致性的探针校准器为目标, 应用 Si/SiO₂ 多层膜光栅技术, 初步研制了 20 nm 标称值的线宽结构用于原子力显微镜探针校准。表征结果显示, RFESP 型(Rectangular Front Etched Silicon Probe)探针稳定扫描时探针前角由 15° 增加至 36° 左右, 探针后角由 25° 增加至 45° 左右, 呈现钝化趋势。由此表明, 基于 Si/SiO₂ 多层膜光栅技术研制的线宽型探针表征器可以快速表征出探针侧壁角度信息, 是原子力显微镜探针扫描过程中探针形貌快速监测和估计的有效手段, 对于促进探针表征与图像准确度提升均具有重要意义。

关键词: 原子力显微镜; 探针效应; 探针校准器; 多层膜光栅

中图分类号: TH742 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA202049.0213001

Investigation of AFM tip characterization based on multilayer gratings

Wu Ziruo, Cai Yanni, Wang Xingrui, Zhang Longfei, Deng Xiao, Cheng Xinbin, Li Tongbao

(School of Physics Science and Engineering, Tongji University, Shanghai 200092, China)

Abstract: Atomic force microscope (AFM) is one of the main instruments in the microscale and nanoscale measurement area. Since the AFM tip can't be infinitely sharp, the shape of the tip is included in AFM image. This is a big source of image distortion. To obtain the shape and dimensions of tip is an effective method to remove the "tip effect" and improve the accuracy of measurement images. In this study, tip characterizers with high intra-sample uniformity were fabricated by utilizing the Si/SiO₂ multilayer gratings technology, and critical dimension (CD) structures with a nominal CD of 20 nm had been fabricated to calibrate the tip. The calibration results showed that the selected AFM tip (Rectangular Front Etched Silicon Probe, RFESP) became blunt after scanning, together with the front side angle (15°) and back side angle (25°) increased to 36° and 45°, respectively. Therefore, the tip characterizers formed by the Si/SiO₂ multilayer CD structures can be used to quickly obtain the side angle information, which is an effective method to complete the fast check and estimations of tip shapes during the AFM scanning. The

收稿日期: 2019-11-05; 修订日期: 2019-12-15

基金项目: 国家重点研发计划项目(2016YFA0200902); 上海市科委基础处重大重点项目(17JC1400800)

作者简介: 吴子若(1984-), 男, 博士生, 主要从事微纳测量技术方面的研究。Email: ziruo0930@163.com

导师简介: 邓晓(1988-), 男, 助理教授, 博士, 主要从事光学计量测试技术方面的研究。Email: 1110490dengxiao@tongji.edu.cn

investigation of AFM tip characterization based on multilayer gratings are meaningful for the promotion of accuracy in AFM measurement images.

Key words: atomic force microscope; tip effect; tip characterizer; multilayer gratings

0 引言

原子力显微镜 (Atomic Force Microscope, AFM) 是微纳米测量领域的主要测量工具之一。AFM 是在扫描隧道显微镜的基础上改进而来^[1], 主要目的是对非导电物质进行测量表征。与其他显微镜相比, AFM 显示了高分辨、样品制备简单、操作易行等优势。AFM 通过测量微悬臂上的探针与样品表面之间的吸引力或者排斥力随着距离的变化, 从而得到样品表面的形貌信息。由于 AFM 是通过探针与被测量样品表面之间的原子力来获得样品表明形貌信息, 因此 AFM 不仅可以测量导电物体表面结构, 同时也可以测量非导电样品表面的结构, 检测对象更加广泛, 可以对力学、电学、磁学、热学等诸多物理量进行测量^[2]。

在纳米级测量中, 由于受仪器工作原理、测量对象和环境因素影响, 用不同仪器检测同一标样, 或用同一仪器在不同环境下测量同一标样, 结果都可能截然不同^[3]。而在 AFM 测量中, 由于 AFM 的探针针尖不可能无限尖锐, 导致使用其测量得到的样品形貌将探针的形貌信息包含在内, 即存在“探针效应”^[4], 该效应是造成 AFM 测量图像失真, 影响测量准确性的主要原因之一。特别地, 当探针针尖尺寸与样品特征尺寸接近时, 该影响尤其严重, 一般表现为样品特征结构“膨胀”展宽, 或者凹陷型结构变浅变窄等。因此, “探针效应”降低了 AFM 测量图像的分辨率, 在某些关键领域对于纳米尺度样品特性的研究造成障碍。

为降低 AFM “探针效应”对测量造成的不利影响, 提升 AFM 测量准确性, 研究人员一方面使用特殊结构的探针来进行特殊测量^[5-6]。比如, 在纳米关键尺寸 (Critical Dimension, CD) 的测量中, 采取喇叭形探针、靴形探针和圆柱形探针等可以有效地获取线宽的侧壁信息。另一方面, 通过获取 AFM 探针的形状和尺寸和图像重建算法^[7], 可以有效地去除测量图像中的探针卷积效应, 尽可能地使测量图像逼近真实图像, 逐步实现“真三维”测量。

常用的获取 AFM 探针形状和尺寸方法一般有 3 种: (1) 电子显微镜成像技术, 比如扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscope, SEM) 和透射电子显微镜 (Transmission Electron Microscope, TEM) 等; (2) 利用盲重建 (Blind Reconstruction) 算法进行重建探针形貌; (3) 研制比探针针尖更小的纳米结构进行探针信息提取, 即研制探针校准器 (Tip Characterizer, Tip-C)^[8]。上述 3 种方法各有优缺点, 使用 SEM 或者 TEM 对探针直接成像的方法可以实现高分辨率表征, 然而这种方法最大的缺点是需要对 AFM 探针进行拆卸和转移, 并且扫描过程会对 AFM 探针针尖带来损伤。盲重建算法认为, AFM 扫描图像上的尖锐凸起并非探针产生, 因此可以使用多个凸起结构反演出探针的外边界, 从而得到探针的形貌信息。该方法不需要拆卸探针, 不需要标准样品进行标定, 成本低, 容易实现, 但是模型的准确性和噪声的影响也给形貌估计带来不利影响。通过研制探针校准器并进行精确标定的方法可以有效地获取探针的关键信息, 比如针尖曲率半径信息和锥角信息, 并且表征过程简单, 数据易处理。与此同时, 要求探针校准器具有良好的样品内一致性, 校准结构形貌准确等特征。受此启发, 文中的研究以研制具有良好的样品内一致性的探针校准器为目标, 应用多层膜光栅技术, 初步研制了标称值为 20 nm 的线宽结构并用于 AFM 的探针校准。由于使用多层膜沉积光栅 (Si/SiO₂) 的方法研制的线宽的线边缘粗糙度 (Line Edge Roughness, LER) 可认为是硅基底表面粗糙度的演变, 因此同一条线宽具有良好的结构和边缘一致性, 为精确校准探针形貌带来便利。另外, 通过厚度控制和湿法刻蚀的方法可以便利地控制线宽型探针校准器的占空比和深宽比, 拓展性强, 易于丰富可校准探针的范围。

1 线宽型探针校准器原理

图 1 为线宽型探针校准器的原理示意图^[8-9]。探针校准器可以有突起型和凹槽型共两种。线宽结构

可以用于提取探针结构的轮廓线,不同宽度和深度的凹槽结构可以用来提取探针结构在不同臂长时的宽度。随着线宽尺度的减小,可以逐步地接近探针针尖部分的有效信息,从而获取探针的几何结构。

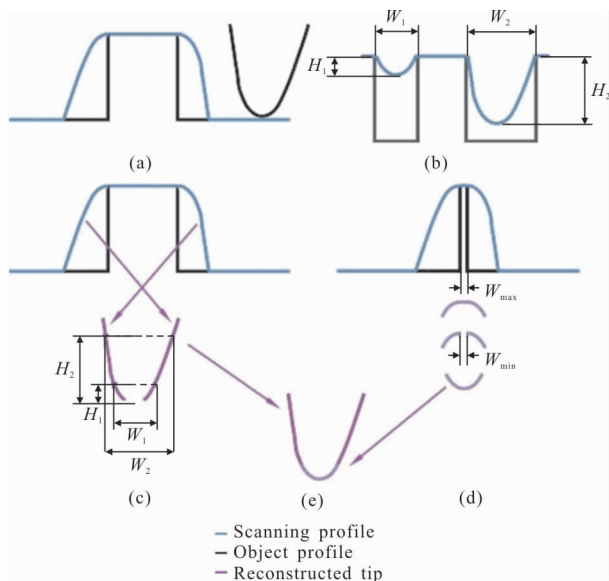


图 1 线宽型探针校准器原理图:(a) 探针结构与线宽结构相互作用;(b) 不同深宽比的线宽结构获取探针高宽比;(c) 由扫描线提取探针轮廓;(d) 获取探针针尖轮廓;(e) 重建探针结构

Fig.1 Schematic of line width tip characterizer: (a) probe and line width structure interaction;(b) line width structure with different aspect ratio to obtain probe aspect ratio; (c) detecting probe profile from scanning line; (d) acquiring tip profile; (e) tip structure reconstruction

2 多层膜沉积光栅技术

多层膜光栅是将周期性沉积膜层的厚度值转化为光栅的名义线宽值或节距值,运用多层膜光栅技术,制备出不同节距、线宽、占空比、深宽比、线边缘粗糙度等关键参数的一维光栅结构。在多层膜光栅材料对的选择上以半导体工业常用的 Si/SiO₂ 为基础,采用磁控溅射方法,根据沉积速率制备不同节距与沉积周期数的多层膜结构,随后将两块样品进行胶合、切开、研磨与抛光处理,并进行选择性刻蚀制备(见图 2)与半导体工艺相兼容的多层膜光栅结构,制备过程中通过不同的方法调控关键结构参数。节距控制通过沉积时间与速率协同调控,其范围控制在 5~50 nm 以内并精确可调。占空比则由材料对中

单元周期内两种不同材料的厚度决定。通过节距与占空比的控制可确定多层膜光栅的线宽值,通过选择性腐蚀液的浓度与刻蚀时间来调控深宽比。

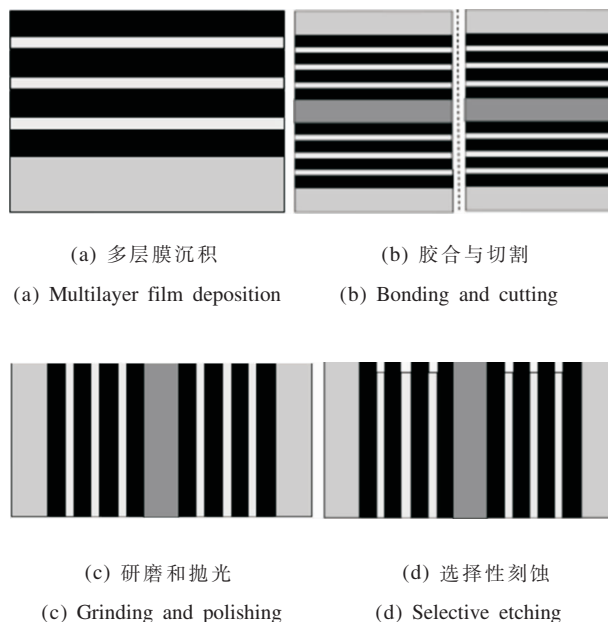


图 2 Si/SiO₂ 多层膜光栅制备流程

Fig.2 Fabrication process of a multilayer grating consisting of Si/SiO₂ film

2.1 多层膜沉积

对于多层膜光栅薄膜沉积材料对和镀膜工艺的选择,Si 作为常用的半导体材料和薄膜基底材质成为首要选择,SiO₂ 具有光透过率高、高硬度、低热膨胀系数、耐摩擦、抗腐蚀的特点,同时 HF 刻蚀液和 Si/SiO₂ 材料对有较高的刻蚀选择比,便于多层膜光栅结构的形成,因此 SiO₂ 成为另一种薄膜材料的首要选择。Si 是半导体材料,采用直流磁控溅射技术,而 SiO₂ 是介质材料,采用射频磁控溅射技术。射频磁控溅射(RF)技术工艺稳定,在较低的沉积速率下可以保证 0.1 nm 量级的膜厚控制精度,同时较高的溅射粒子沉积能量保证了膜层与基板之间的结合力,防止膜层脱落现象发生。

2.2 胶合和切割

为了保护多层膜膜层结构的完整性,防止膜层边缘受到损伤和外界污染,同时便于后续的机械加工处理环节,需要将两块硅基多层膜样品表面进行键合,形成夹层结构。常见的硅晶圆半导体键合工艺包括粘接剂直接键合、热压键合和表面活性键合。课题组在参考国内外对于硅晶圆胶合的资料,初步选

择了离子减薄专用树脂胶 M-BOND 610 进行粘接剂直接键合。离子减薄专用树脂是一种高性能双组分环氧树脂,其粘接力强,截面均匀,化学阻抗性好,不溶于丙酮,耐腐蚀,便于后续的机械研磨、清洗和刻蚀工艺。由于树脂的流动性很好,特别适合截面样品制备过程中两样品表面的对粘工艺。为了提高成品率和后续的实验操作,胶合完成的样品需要进行切割,硅基膜层切割方式有激光切割、划片机切割和金刚石线切割。实验采用 STX-603 型柜式金刚石线切割机对膜层进行切片,金刚石线直径为 0.28 mm,设置切割速率为 0.2 mm/min,获得均匀整齐的膜层截面。胶合后的硅片最终切割成棱长为 2~3 mm 的立方体小样品,每次切割可获取样品为几十颗左右。

2.3 研磨和抛光

切割后样品的端面虽然平整,但远不能达到刻蚀需求,研磨抛光这一步骤可有效减小样品的表面粗糙度,得到更为理想的端面。实验采用精密精磨抛光系统代替手工研磨以提高生产效率,在研磨过程中,需要通过光学显微镜观察表面的划痕损伤,保证在光学显微镜下看不到上一级砂纸的划痕。为了进一步降低粗糙度,使用金刚石砂纸代替 SiC 砂纸进行精磨,金刚石砂纸的粒径分级更细,分别为 9、6、3、1、0.5、0.1 μm。精磨后还需使用 SiO₂ 悬浮抛光液进行抛光,研磨抛光后的样品表面在光学显微镜下如图 3 所示,样品表面洁净,膜层几乎无污染且均匀性好。

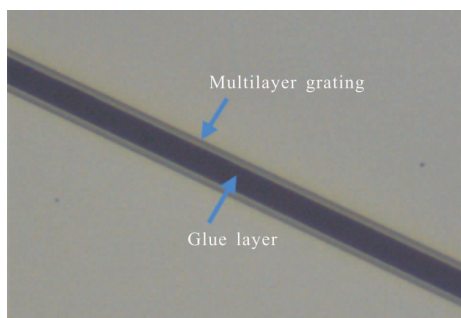


图 3 研磨抛光后光学显微镜下的多层膜光栅样品表面
Fig.3 Surface of multilayer grating sample under optical microscope after grinding and polishing

2.4 选择性刻蚀

半导体工艺刻蚀主要有湿法刻蚀和干法刻蚀两种,湿法刻蚀的原理是将多层膜样品浸泡在刻蚀液内进行化学反应;干法刻蚀即离子束刻蚀,利用气体

辉光放电产生有活性基的等离子体,与刻蚀材料发生物理和化学反应以达到材料的选择性去除。对于多层膜光栅参考物质的制备而言,笔者的目标主要在刻蚀的均匀性和刻蚀选择性比、相对刻蚀速率和刻蚀后光栅的深宽比等。而两种材料的刻蚀选择性比决定了深宽比,即相对刻蚀速率相差较大。由于多层膜的膜层材料对是 Si/SiO₂,通过参考文献[10]的调研,刻蚀 SiO₂ 的常用方法是利用 HF 溶液刻蚀;刻蚀 Si 的常用方法是 KOH 溶液或者是 CF₄、C₂F₆、C₃F₈、CHF₃ 等气体。但是采用反应离子束刻蚀(RIE)刻蚀 Si/SiO₂ 的选择比相对较低,如 CF₄ 刻蚀 Si/SiO₂ 相对刻蚀速率比为 1:9,选用 KOH 刻蚀液在对膜层刻蚀的同时也将对单晶 Si 基底进行大量的刻蚀。而选用 HF 溶液对于材料对 Si/SiO₂ 有良好的选择性,Si:SiO₂ 刻蚀速率比最高可达到 1:1 000。因此文中使用湿法蚀刻的主要优点是成本低廉,操作简单,较高的选择刻蚀比,高可靠性与均匀性。

3 标称值为 20 nm 的 Si/SiO₂ 线宽结构研制

基于上文中介绍的多层膜光栅技术,文中拟研究标称值为 20 nm 的线宽凸起和凹槽结构对探针的表征作用。

多层膜薄膜的参数设计如图 4 所示,首先在硅基底上镀制一层厚度为 20 nm 的 SiO₂ 薄膜,随后为 20 nm 厚的 Si,接着为 300 nm 厚的 SiO₂,之后是交替沉积 40 个周期的 Si/SiO₂(厚度均为 20 nm),最后镀制一层 500 nm 的 Si 对整个结构起到保护作用。

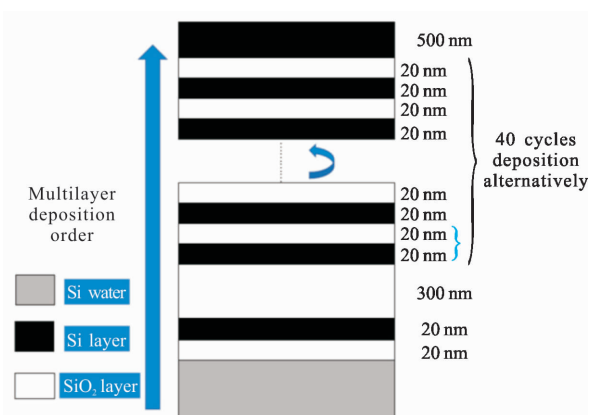


图 4 标称值为 20 nm 的 Si/SiO₂ 线宽结构设计
Fig.4 Design of Si/SiO₂ linewidth structure with nominal value of 20 nm

基于图 4 中的多层膜厚度设计与第 2 节介绍的多层膜光栅技术, 所得到的多层膜光栅结构的不同尺度的 TEM 图像如图 5 所示。从图中可以看出, 每个光栅均由约 20 nm 的线宽结构与 20 nm 的凹槽结构组成, 初步具备图 1 中线宽型探针校准器的功能。另外, 此处有两点优势值得关注: 一方面, 从图 5 来看, 该线宽的线边缘粗糙度极低, 这是由于样品极低的表面粗糙度保障得到的。极低的线边缘粗糙度为研究带来便利, 并且保证 AFM 测量图像位置的线宽结构与所提取的 TEM 测量图像位置的结构差别不大, 良好的样品内一致性是探针校准准确性的保障。

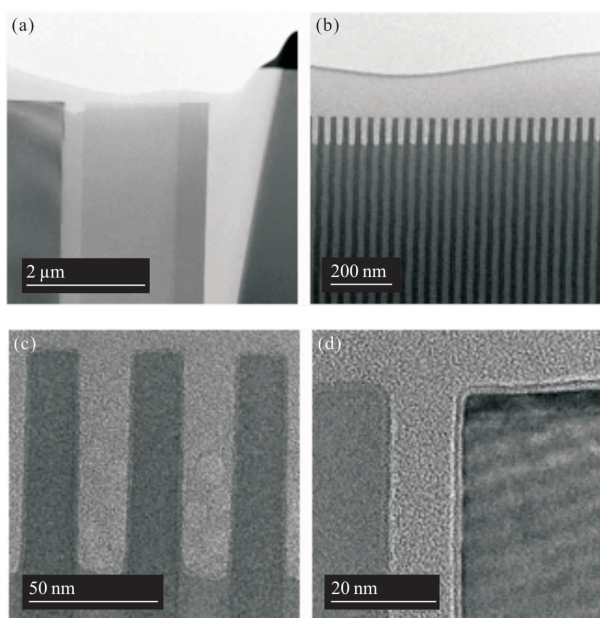


图 5 不同尺度下的线宽结构的 TEM 图像
Fig.5 TEM images of linewidth structures at different scales

另一方面, 在图 5(d)中, 可以同时观察到线宽的结构和硅(111)基底的晶面间距信息, 因此可以利用相邻硅(111)晶面间距来直接对线宽结构的宽度、圆角、侧壁角度等进行测量^[11], 具备较高的精度, 加之上文提到的多层膜线宽良好的样品内一致性, 因此该方法将联合促进多层膜线宽作为探针校准器的准确性保障。

4 多层膜线宽 AFM 探针结构表征研究

接下来对图 5 中的结构(未损伤区域)进行 AFM 扫描, 所使用的探针为 Bruker 公司生产的 RFESP-40 探针, 其前角为 $(15\pm 2)^\circ$, 后角为 $(25\pm 2)^\circ$, 侧角为

$(17.5\pm 2)^\circ$ ^[12]。选择该探针进行表征的原因是由于它的结构是 AFM 进行扫描的典型探针结构, 应用广泛, 具有研究的代表性。图 6(a)为上图结构的 AFM 扫描图像, 由图像可知, 标称值为 20 nm 的线宽结构可分辨, 且系列线宽和光栅结构平行, 线边缘粗糙度较小。

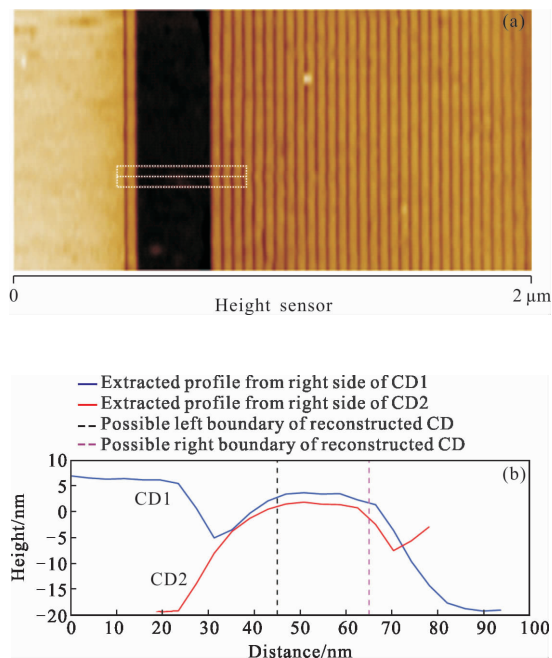


图 6 线宽型探针校准器的 AFM 图像与探针角度表征曲线
Fig.6 AFM image and probe angle characterization curve of linewidth tip characterizer

图 6(b)为在 300 凹槽左右两侧线宽校准得到的 AFM 探针侧壁角度信息, 为图 6(a)中虚线框区域内的轮廓曲线平均结果。处理过程中, 笔者将凹槽左侧相邻线宽定义为 1 号线宽, 凹槽右侧最近邻线宽定义为 2 号线宽。从 AFM 扫描图像来看, 凹槽底部呈现平坦现象, 说明 AFM 扫描过程探针“触底”完成, 所以 1 号线宽右侧轮廓可以反演 AFM 探针的左侧轮廓和角度信息, 2 号线宽左侧轮廓可以反演 AFM 探针的右侧轮廓和角度信息。图 6(b)中将两者重叠并减去标称值为 20 nm 线宽的结构部分(黑色虚线和紫色虚线之间部分), 即可以初步得到 AFM 探针的侧面轮廓信息: 图 6(b)中黑色虚线左侧部分的红色曲线代表 AFM 探针的右侧近似轮廓, 其角度约为 45° , 对应 AFM 探针的后角; 图 6(b)中紫色虚线右侧部分的蓝色曲线代表 AFM 探针的左侧近似轮廓, 其角度约为 36° , 与 AFM 探针的前角对应。根据上文

中提到的前角 15° 和后角 25° 的标称值,其所反演的前后角度大小关系仍然保持不变,并且前后角度均变为标称值的 2 倍,说明在之前的扫描过程中 AFM 探针针尖逐渐钝化,并伴随着曲率半径增加。因此,文中的研究通过线宽和凹槽型结构的结合,初步表征了典型 AFM 探针的角度和侧壁轮廓结构信息。

5 结 论

文中介绍了基于 Si/SiO₂ 多层膜光栅中的线宽结构表征 AFM 探针结构的研究工作。基于多层膜技术研制的线宽结构,其样品内一致性良好,线边缘粗糙度较低,线宽和占空比可控,非常适合进行 AFM 探针表征。本研究研制了标称值为 20 nm 的线宽结构,并使用该结构对前角为 15° 和后角为 25° 的 AFM 探针进行了初步结构表征。探针结构表征结果表明,该探针扫描时的前角增大至 45° 左右,后角增大至 36° 左右,呈现钝化的趋势。同时该过程应该也伴随着曲率半径的增加,关于探针针尖曲率半径的表征工作正在进行。文中的研究表明,基于 Si/SiO₂ 多层膜光栅技术研制的线宽型 AFM 探针表征器可以快速地表征出探针的侧壁角度信息,是 AFM 探针扫描过程中探针形貌快速监测和估计的有效手段,对于促进 AFM 探针的表征与 AFM 图像准确度的提升均具有重要意义。

参 考 文 献:

- [1] Binnig G, Quate C F, Gerber C. Atomic force microscope [J]. *Physical Review Letters*, 1986, 56(9): 930.
- [2] Cheng Zihai, Zheng Zhiyue, Qiu Xiaohui. Recent progress of atomic force microscopy [J]. *Physics*, 2016, 45(3): 180–187. (in Chinese)
程志海, 郑志月, 裘晓辉. 原子力显微术研究进展 [J]. 物理, 2016, 45(3): 180–187.
- [3] Li Tongbao. Nanometrology and transfer standard [J]. *Shanghai Measurement and Testing*, 2005, 32(1): 8–13. (in Chinese)
李同保. 纳米计量与传递标准 [J]. 上海计量测试, 2005, 32(1): 8–13.
- [4] Dai G L, Heidelmann M, Kubel C, et al. Reference nano-dimensional metrology by scanning transmission electron microscopy [J]. *Measurement Science and Technology*, 2013, 24(8): 085001.
- [5] Dai G L, Hassler-Grohne W, Huser D, et al. Development of a 3D-AFM for true 3D measurements of nanostructures [J]. *Measurement Science and Technology*, 2011, 22(9): 094009.
- [6] Martin Y, Wickramasinghe H K. Method for imaging sidewalls by atomic force microscopy [J]. *Applied Physics Letters*, 1994, 64(19): 2498–2500.
- [7] Villarrubia J S. Algorithms for scanned probe microscope image simulation, surface reconstruction, and tip estimation [J]. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 1997, 102(4): 425–454.
- [8] Itoh H, Fujimoto T, Ichimura S. Tip characterizer for atomic force microscopy [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2006, 77(10): 103704.
- [9] Takenaka H, Hatayama M, Ito H, et al. Development of Si/SiO₂ multilayer type AFM tip characterizers [J]. *Journal of Surface Analysis*, 2010, 17(3): 264–268.
- [10] Misumi I, Lu M, Tanaka H, et al. Nanometric lateral scale development with Si/SiO₂ multilayer thin-film structures and improvement of uncertainty evaluation using analysis of variance [J]. *Measurement Science and Technology*, 2008, 19(4): 045101.
- [11] Wu Z, Cai Y, Wang X, et al. Amorphous Si critical dimension structures with direct Si lattice calibration [J]. *Chin Phys B*, 2019, 28(3): 030601.
- [12] Bruker AFM Probes. [EB/OL]. <https://www.brukerafmprobes.com/Product.aspx?ProductID=3921>.