

原子力显微镜-扫描电镜共定位系统研发与应用

蔡蕊¹, 万鹏¹, 徐强¹, 吕天明¹, 孙智广¹

(1.大连理工大学分析测试中心 辽宁省大连市 116023)

摘要: 微纳表征中, 常有样品需要进行聚焦离子束 (FIB) 溅射、切割、扫描电镜 (SEM) 以及原子力显微镜 (AFM) 表征, 而这三类仪器在测试过程中都需要将样品固定在样品台上方可进行工作, 固定不佳会影响效果, 但固定好后再在不同仪器样品台之间转移、拆卸、再固定, 极易受到破坏, 由以上问题出发, 设计了 AFM-SEM-FIB 样品共定位系统, 可实现样品在此三种仪器之间无损转移, 避免珍贵样品破坏; 以及解决 AFM 扫描无法控制方向、迅速调整位点等问题。在光刻胶、微纳表征中有优异的表现, 该系统已被开发成产品并量产销售。

关键词: 共定位系统; 原子力显微镜; 扫描电镜; 聚焦离子束; 微纳表征

1 引言

原子力显微镜被广泛用于微观形貌表征、电学、力学等方面的研究中。因其原理是借助探针尖端直接“接触”样本表面进行表征, Z 轴分辨率可达到 0.17 nm 级别, 原子力显微镜仍然是亚微米、纳米级膜厚度 (台阶) 测量、电极高度测量、沟槽等样品真实形貌表征最为精准的手段之一, 也是纳米磁学、电学、力学研究领域不可替代的测试手段[1]。但在实际的科研和检测工作中, 原子力显微镜的探针沿固定方向来回扫描, 扫描范围只能是矩形或者正方形, 在“台阶”、电极、沟槽等“长、直”特征的样品表征时, 希望得到一定方向 (水平或竖直) 的样品呈现, 准确度高且便于后期谱图处理等工作的进行。若样品放置的方向不正, 扫描图中, “长、直”样品就会斜着呈现, 基于 X、Y 轴的分辨率、针尖性状、力学性质等因素的影响, 斜的样品的边沿处会出现齿状的突变, 无法得到高质量扫描图, 且后期谱图的处理 (拉平基线) 制造困难。若仅改变探针扫描的方向, 因探针尖端性状、压电陶瓷扫描管带动探针悬臂的振动模式、微观力学差异等因素, 在实际测量时, 经常会导致扫描失败。在纳米力学摩擦力测试中, 各向异性的样品的摩擦力测试, 尤其需要样品在特定的方向上进行测试, 而摩擦力等力学测试需要探针在固定的扫描方向上运动, 无法改变探针的扫描方向, 只能通过快速改变样品的方向来实现。

原子力显微镜最大扫描范围为 100 μm ×100 μm 的正方形, 扫描范围小, 若要更换扫描

位点，必须抬针（将针尖离开样品表面），再将扫描头抬起较高的安全高度后（远离样品），移动样品。生物型原子力显微镜更是需要手动移动载物台或探头，更换位点，且载物台或扫描头的移动速度慢、范围小，若超出范围，则需取下扫描头后，手动移动样品。扫描头重量较大，连线多，取下放置在侧台上，调整好样品再将扫描头放回，会增加出现错误（磕碰扫描头精密部件、撞针等）的几率，并且，更换样品后再重新下降扫描头到一定高度后，再自动下针至表面，耗时、低效、风险大。

现有的原子力显微镜载物台，尤其是生物型原子力显微镜的载物台，在对“台阶”、电极、沟槽等任何需要以一定方向呈现的样品进行扫描时，载物台无法迅速、可控的变换样品方向、移动远距离的扫描位点。

在微纳加工及相关科研中，常使用聚焦离子束（FIB）溅射，对样品表面原子进行剥离，以完成微、纳米级表面形貌加工，溅射出微纳尺寸的沟槽等是最为常见的用途之一[2]。溅射后沟槽，需要进一步用扫描电镜（SEM）、原子力显微镜（AFM）进行形貌表征，以精准测量尺寸等。而这三类仪器在测试过程中，样品需要在样品台上进行固定，保证在测试中不会移动（均为纳米级形貌表征，微小移动也会影响溅射、成像的精准度）方可进行测试，且样品一般比较脆弱，从胶上取下来再在不同仪器的样品台间转移的过程十分容易损坏样品，导致直接碎裂或者镊子用力夹持都会导致碎渣崩到样品表面，影响成像效果（图 1）。



图 1 样品拆卸已造成损坏，影响 AFM 形貌表征

为了解决以上现有技术的缺点和不足之处，本设计的目的是提供一种 FIB、SEM 和 AFM 的样品共定位系统，可实现仪器间样品无损转移，并通过对参照点的辅助定位测试位点，建立起三个重要表征仪器之间的桥梁；还可实现 AFM 扫描方向可控、迅速调整位点等功能。

2 装置功能及构造

2.1 装置功能

- 1) 在原子力显微镜检测过程中，固定、快速移动样品（扫描位点）、转换样品方向；
- 2) FIB、SEM 和 AFM 的样品共定位系统：带有的 AFM、FIB、SEM 样品台适配模块，具有辅助定位点（与操作系统 XY 坐标关联，实现定位），样品固定在该模块上，将模块放

入固定器的卡槽中，即可用于 AFM 扫描；将该模块从卡槽拆卸下来，即可直接作为 SEM 和 FIB 样品台，带着固定好的样品进行检测，避免样品在不同仪器的样品台之间拆卸转移过程中受到破坏。

2.2 装置构造及用途

1) 转盘 A，包括：转盘下方有圆形凸起可嵌入底盘的圆形镂空中，且紧密接触，有一定阻尼，可转动，但不易打滑；两根长方形夹棍 C，每根夹棍靠两根弹簧轴 B 固定到转盘两侧，两根夹棍 C 可依靠弹簧 B 的推力加紧样品或样品托盘 D，防止滑动；把手螺丝 E，与底盘保持水平位置，拧松把手螺丝可作为转动转盘的把手，拧紧把手螺丝，螺丝的另一端抵住底盘的边缘，可固定好转盘。用于调整样品的角度。带有脚柱槽 H-3 用于放置脚柱 H-2。

2) 底盘 F，铁质，可吸附在原子力显微镜的载物台上（依靠磁力或吸力），底盘中心有圆形镂空，可将转盘嵌入，底盘和转盘的接触位置有一定阻尼，可转动，但不易打滑。形状可根据实际调节，不限制。

3) FIB、SEM 样品台适配模块 H，因考虑到扫描电镜不可用带有磁性的样品台，因此 H 为铝制，包括类圆形样品台 H-1 和脚柱，脚柱取下时防止丢失可置于转盘 A 上的脚柱槽 H-3 中，用时取出。样品固定在该模块的类圆形样品台 H-1 上，将该类圆形样品台 H-1 对准位置放入样品托盘的凹槽 D-1 中，两边由夹棍 C 夹住，用于原子力显微镜的扫描，通过转动转盘 A、沿着夹棍 C 方向推拉托盘 D 改变角度和位置。

类圆形样品台 H-1 取下后可直接作为 SEM 样品台使用：底部中央有螺纹孔，脚柱 H-2 的螺纹和尺寸与 SEM 内用于固定样品台的螺纹柱尺寸一致，可通用。将该模块的类圆形样品台 H-1 从样品托盘的凹槽 D-1 中拆卸下来，即可直接拧在 SEM 的样品台固定位置，作为 SEM 样品台直接用于测试。具有辅助定位点（与操作系统 XY 坐标关联，实现定位）。

类圆形样品台 H-1 拧上与之匹配脚柱 H-2，即可作为 FIB 样品台，用于 FIB 的溅射等操作。该适配模块 H 的尺寸适用于大部分品牌的 FIB 和 SEM 仪器，或根据 SEM、FIB 所需具体的尺寸制作。脚柱 H-2 尺寸较小，防止丢失，不使用时，可放置于转盘 A 上的特定脚柱槽 H-3 内保存。该模块 H，无需将固定好的样品取下来进行转移到另外的样品台上，避免样品在不同仪器的样品台之间拆卸转移过程中受到破坏，保护样品、便捷、实用性强。

4) 样品托盘 D，长方形。带两种尺寸的凹槽：1. 凹槽 D-1：尺寸与普通市售载玻片尺寸吻合。尺寸微小、比较薄的样品可以固定在载玻片上后，再将载玻片置于此凹槽内，载玻片、样品托盘被夹棍固定住，有阻尼，但可以拖动，用来沿着夹棍 C 的方向移动上面的样品，迅速更换扫描位置；2. 凹槽 D-2：尺寸与 FIB、SEM 样品台适配模块 H 中类圆形样品

台 H-1 形状一致，可放置好该类圆形样品台 H-1，夹棍 C 夹住后，随样品托盘 D 移动。见图 2。

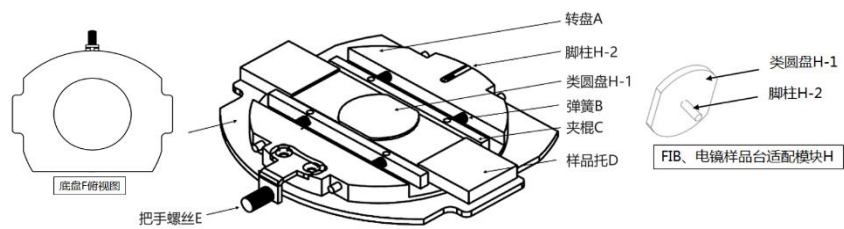


图 2 装置整体及分解图

3 应用案例-光刻材料表征中的应用效果

极紫外光刻材料的研发一直是半导体芯片产业的瓶颈之一[3]，开发新型极紫外光刻胶材料具有重大的战略意义。光刻胶膜表面形貌和粗糙度是评价光刻胶质量的重要指标[4]。采用旋涂法，制备的光刻胶薄膜，需要使用 AFM 和 SEM 表征证实其在电子束光刻和极紫外光刻测试中表现良好，具有明显的图案线，见图 3 和图 4。使用本文涉及的共定位系统，可以很好实现该样品在 SEM、FIB 和 AFM 之间的转换和样品定位，并且在 AFM 表征中轻松实现方向调整 and 样品快速移位。

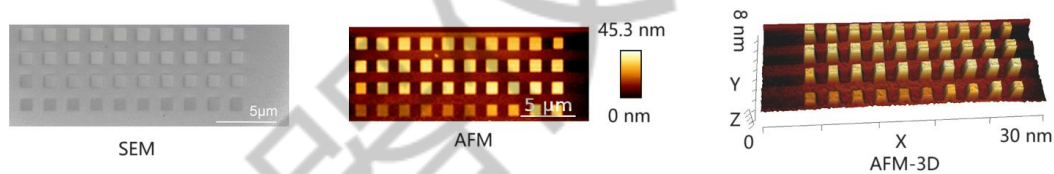


图 3 电子束光刻后材料表面 SEM、AFM 表征

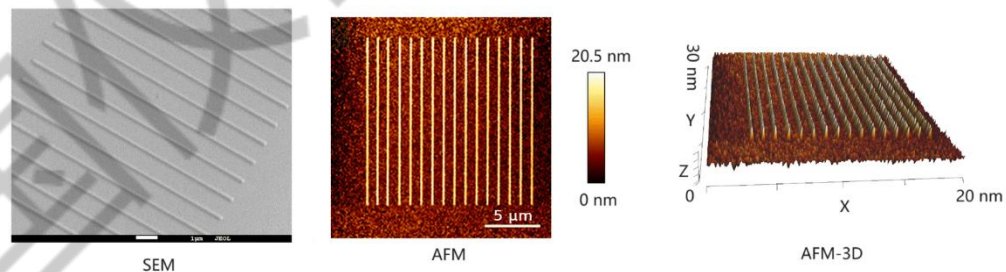


图 4 极紫外光刻后材料表面 SEM、AFM 表征

4 结论

与现有的技术相比,该设计的共定位功能可建立起 AFM 与 SEM、FIB 此三大形貌表征重器之间的桥梁,不但可以保护珍贵样品不被损坏,还可大幅提高测试效率以及效果,不仅如此,快速移位和变换方向功能可大幅提升方向依赖形貌、磁学、摩擦力等测试的成功率和图像效果,并且提升原有载物台的样品范围和速度,方便快捷,实用性强。

参考文献:

- [1]崔铮. 微纳米加工技术及其应用综述[J]. 物理, 2006(01): 34-39.
- [2]He Y, Yan Y, Geng Y, et al. Fabrication of none-ridge nanogrooves with largeradius probe on PMMA thin-film using AFM tip-based dynamic plowing lithography approach[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2017, 29: 204-210.
- [3]J. Liu, H. Guo, M. Li, et al. Photolithography-assisted precise patterning of nanocracks for ultrasensitive strain sensors[J]. Journal of Materials Chemistry A, 2021, 9, 4262-4272.
- [4]M. Yogesh, M. G. Moinuddin, M. Chauhan, et al. Organoiodine Functionality Bearing Resists for Electron-Beam and Helium Ion Beam Lithography: Complex and Sub-16 nm Patterning[J]. ACS Applied Electronic Materials, 2021, 3 , 1996-2004.