

Министерство образования Республики Беларусь
БЕЛОРУССКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ

Кафедра микро- и нанотехники

ТЕХНИКА НАНОКОНТРОЛЯ

Лабораторный практикум

В 2 частях

Часть 2

Минск
БНТУ
2011

УДК 620.3(076.5)

ББК 34.9я7

Т 38

Составители:

С.А. Чижик, Т.А. Кузнецова

Рецензенты:

Ю.М. Плескачевский, Н.В. Кулешов

Техника наноконтроля: лабораторный практикум: в 2 ч. / сост.:
Т 38 С.А. Чижик, Т.А. Кузнецова. – Минск: БНТУ, 2011. – Ч. 2. – 65 с.

В данном издании приведено продолжение описания лабораторных работ по курсу «Техника наноконтроля» в соответствии с учебной программой для студентов старших курсов, обучающихся по специальности: 1-41 01 01 «Технология материалов и компонентов электронной техники», 1-38 01 04 01 «Микросистемная техника», 1-38 01 04 02 «Наноэлектромеханические системы и машины», 1-38 01 04 03 «Сенсорные микросистемы». Вторая часть охватывает калибровку атомно-силового микроскопа, измерение высоты топологических слоев субмикронных интегральных микросхем и определение локального модуля упругости тонких слоев материала.

Часть 1 вышла в свет в 2009 г. в БНТУ.

ISBN 978-985-525-537-7 (Ч. 2)

ISBN 978-985-525-263-5

© БНТУ, 2011

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 5 ПРОВЕДЕНИЕ ПРОЦЕДУРЫ КАЛИБРОВКИ АСМ	4
Лабораторная работа № 6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ТОПОЛОГИЧЕСКИХ СЛОЕВ СУБМИКРОННЫХ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МИКРОСХЕМ	20
Лабораторная работа № 7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛОКАЛЬНОГО МОДУЛЯ УПРУГОСТИ МЕТОДОМ СИЛОВОЙ СПЕКТРОСКОПИИ	30

Лабораторная работа №5

ПРОВЕДЕНИЕ ПРОЦЕДУРЫ КАЛИБРОВКИ АСМ

Цель работы: получить представление о процедуре калибровки атомно-силового микроскопа (АСМ), ознакомиться с типами калибровочных решеток, их назначением, получить практические навыки калибровки АСМ по латеральному (в плоскости) и вертикальному диапазону, получить практические навыки определения реального радиуса закругления острия АСМ.

Методические указания

Для начала рекомендуется использовать стандартную решетку TGZ02 с высотой элементов в диапазоне 80–120 нм.

Первая часть работы посвящена самостоятельному получению АСМ-изображения калибровочной решетки в программе «Surface Scan», далее выполнение измерений высотных параметров решетки в программе «Surface View», затем статистическая обработка результатов измерений высотных параметров решетки.

Перед началом самостоятельной работы студентов преподаватель объясняет ее суть с помощью проектора.

Теоретическая часть

Калибровка измерительной системы АСМ

Калибровка АСМ – вид поверки прибора с помощью эталонных мер (калибровочных решеток), заключающийся в определении погрешностей измерения паспортных значений их высотных и латеральных параметров.

Калибровка прибора учитывает передаточную функцию всей системы в целом и включает в себя передаточные функции пьезосканера, лазерной системы и фотоприемника. На практике калибровка реализуется сравнением значений параметров эталонной калибровочной решетки: паспортного и полученного в результате эксперимента.

Калибровку измерительной системы АСМ производят для определения коэффициентов, используемых электронными системами

для правильной интерпретации вертикального и латерального движений пьезосканера. Правильно измеренные данные, полученные прибором, позволят в дальнейшем иметь достоверную информацию о просканированных и измеренных объектах.

Рекомендуется производить калибровку каждый раз после замены пьезосканера, а также как минимум раз в месяц для проверки ранее установленных констант (коэффициентов).

Типы калибровочных решеток АСМ

Для калибровки необходимо использовать набор калибровочных решеток. Калибровочные решетки представляют собой специально изготовленные периодические поверхностные структуры (обычно на кремнии) с известной геометрией элементов рельефа (шаг и высота элементов рельефа). Наиболее распространенными являются тест-структуры, изготавливаемые компаниями NT-MDT и Mikromasch. Их изображения приведены на рис. 5.1.

Каждый вид калибровочной решетки предназначен для проверки определенного определяемого параметра: TGZ – для определения высотных и латеральных параметров сканирования, TGG – для контроля угла схождения используемого зонда, TGT – для определения радиуса закругления зонда, TGX – для контроля нелинейности пьезосканера.

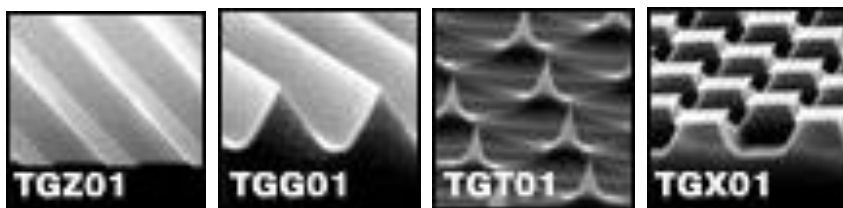


Рис. 5.1. Электронные микрофотографии тест-структур для АСМ, изготавливаемых компанией Mikromasch

Процедура калибровки АСМ модели NT-206

Реальные размеры максимального поля сканирования прибора при данном пьезосканере определяются из анализа АСМ-изображений тест-структуры, показанной на рис. 5.2. Найденные

при этом параметры вводятся в полях *X range, nm*, *Y range, nm* и *Z range, nm* панели калибровки *Calibrate ACM Data*, приведенной на рис. 5.3. Панель ***Calibrate ACM Data*** активируется командой меню *Task > Calibrate* из верхней командной строки управляющей программы «Surface Scan».

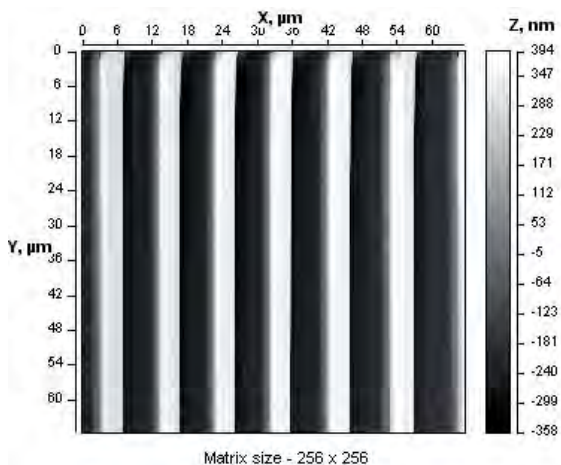


Рис. 5.2. ACM-изображение тест-структуры TGZ

Calibrate AFM Data	
X range, nm	13000
Y range, nm	18000
Z range, nm	3070
Deflection	65535
Torsion	65535
Phase	360
4th channel	65535
Min amplitude	0
Max amplitude	2000
Nonlinearity correction	
None	
<input type="button" value="OK"/> <input type="button" value="Cancel"/>	

Рис. 5.3. Панель установки основных параметров калибровки ACM NT-206

Например, для расчета диапазона движения пьезосканера по оси X необходимо подсчитать количество периодов элементов рельефа на АСМ-изображении тест-образца (включая неполные периоды) при установленном максимальном поле сканирования и умножить это число на шаг периода (3 мкм).

Для калибровки диапазона вертикального движения пьезосканера сравнивают высоту элементов тест-образцов на АСМ-изображении с действительными параметрами. В данном случае необходимо разделить существующий вертикальный диапазон $Z_{current}$ на высоту элемента рельефа h_{image} , определенную по АСМ-изображению, и затем умножить результат на действительную высоту элемента h_{real} как показано на рис. 5.4:

$$Z = Z_{current} \cdot h_{real}/h_{image}. \quad (5.1)$$

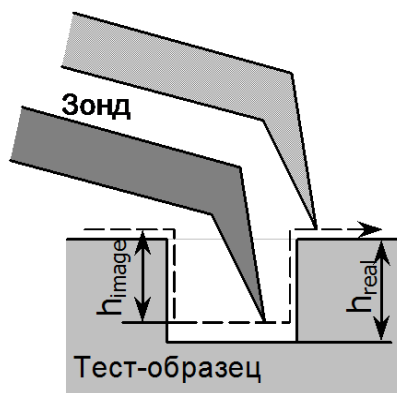


Рис. 5.4. Сравнение высоты измеренной и реальной для тестовой структуры

Рассчитанную таким образом величину необходимо ввести в поле $Z\ range, nm$ панели калибровки. Аналогичную методику можно также использовать для расчета калибровочных параметров диапазонов движения пьезосканера по осям X и Y.

Параметры *Deflection* и *Torsion* в панели калибровки *Calibrate ACM data* описывают количество бит, используемых АЦП измерительной системы для измерения, соответственно, отклонения и кручения кантилевера при сканировании поверхности. Для 16-битного АЦП, установленного в системе, это величины составляют 65535.

Угол сдвига фазы *Phase* описывает пределы изменения этого параметра и обычно устанавливается равным 360.

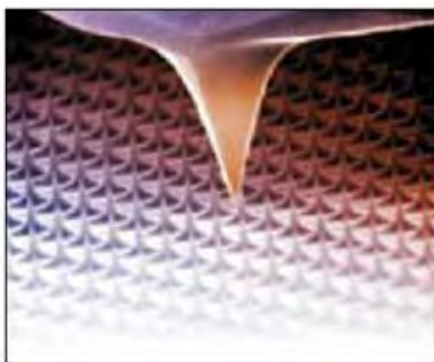


Рис. 5.5. Электронно-микроскопическое изображение зонда АСМ в процессе сканирования тестовой структуры

Параметры *Min amplitude* и *Max amplitude* устанавливают минимальное и максимальное значения для выходного сигнала фотодетектора (в мВ). Эти параметры определяются и устанавливаются изготовителем при настройке прибора.

Селектор *Nonlinearity correction* позволяет выбрать тип функции, используемой системой сканирования прибора для исправления нелинейностей движения установленного пьезосканера. Эта коррекция является программной и использует специальные уравнения для устранения неидеальности отклика пьезотрубки на приложенное напряжение и минимизации таким образом ошибок позиционирования образца относительно зонда при сканировании. Предусматривается простая кубическая (*Simple cubic*) и расширенная кубическая (*Advanced cubic*) функции коррекции нелинейностей. При установке в селекторе *Nonlinearity correction* опции *None* функция корректировки движения пьезосканера при сканировании будет отключена.

При выборе одной из функций коррекции необходимо дополнительно ввести параметры корректирующих уравнений. Вспомогательная панель для ввода этих параметров активируется при нажатии кнопки справа от селектора *Nonlinearity correction*. Рекомендуется параметры, установленные изготовителем во вспомогательных панелях не изменять.

Определение относительной погрешности измерений высот стандартных калибровочных решеток по АСМ-изображениям возможно с использованием двух режимов обрабатывающей программы «Surface View»:

- «Профиля» («View profile»);
- «Гистограммы высот» («Height distribution»).

Режим «Профиль» предполагает участие оператора в расставлении ярлычков, по которым производятся измерения. Он более длительный, но исключает погрешности измерений, связанные с неправильным заданием данных. Высота элементов калибровочной решетки определяется по разнице в показаниях маркеров по Z, расставленных у основания полос и на их середине, период – по разнице в показаниях маркеров по X, расставленных у левого верхнего края полос (рис. 5.6).

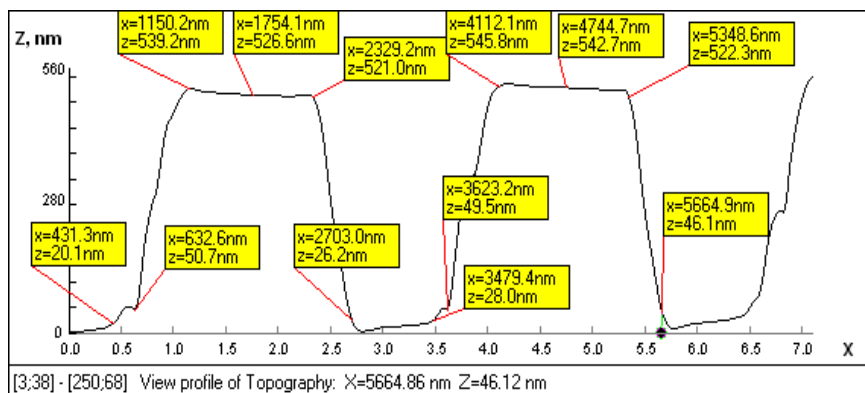
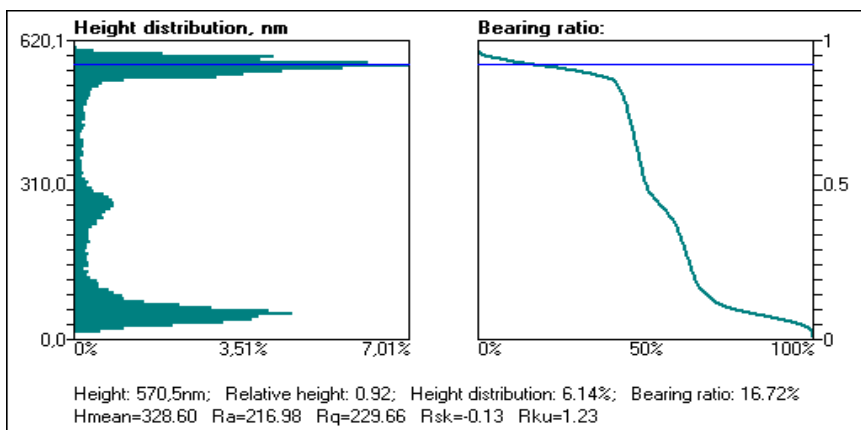
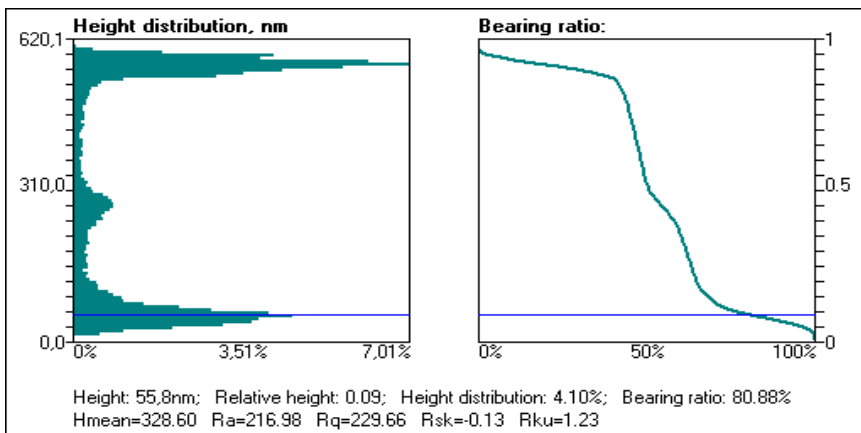


Рис. 5.6. АСМ-измерения высоты линий калибровочной решетки TGZ03 при поле сканирования 7×7 мкм с использованием профиля поперечного сечения решетки с маркерами высот

Режим «Гистограмма высот» предполагает компьютерную обработку данных по всему полю и учитывает высоту каждой точки изображения из матрицы, он более скоростной (рис. 5.7).



a



b

Рис. 5.7. АСМ-измерения высоты линий калибровочной решетки TGZ03 при поле сканирования 7×7 мкм с использованием режима «Гистограммы высот» с отмеченными максимальным (*a*) и минимальным (*b*) пиками

Практическая часть

Получение изображения поверхности калибровочных решеток TGZ

Подготовка к измерениям

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

1. Из набора калибровочных решеток выбирают ту, высота которой более всего соответствует высоте структур, которые предполагается измерять в дальнейшей работе. Например, для измерения зерен тонких пленок, полученных PVD методом, рекомендуется решетка TGZ1 с высотой 18–25 нм, а для измерения высоты интегральных микросхем с высотой топологических слоев около 600 нм рекомендуется решетка TGZ3 высотой около 500 нм.

2. Запускают программу сканирования поверхности «Surface Scan».

3. Устанавливают калибровочную решетку на столик прибора таким образом, чтобы параллельные линии решетки располагались перпендикулярно направлению сканирования.

4. Подводят иглу к поверхности решетки, выбирают режим «Scanning matrix», устанавливают количество точек матрицы сканирования 256×256, размеры полей сканирования выбирают из диапазонов 5×5 – 7×7, 10×10 – 15×15, 20×20 – 30×30 мкм. Получают по 3 поля разного размера для каждого студента.

5. Сканируют поверхность решетки, получают ее изображение и записывают его в с расширением *.spm (SPM files 2001).


6. Отводят иглу от образца на расстояние около 1 мм, используя шаговые микродвигатели прибора, перемещают образец на расстояние около 1 мм в плоскости от текущего положения зонда, после чего повторяют измерения.

7. Повторяют п. 6.

Выполнение измерений высотных параметров решетки в режиме «Профиль»

1. Переходят в обрабатывающую программу «Surface View» или «Surface Explorer», загружают изображение калибровочной решетки, полученное согласно п. 5–7, с. 11.

2. Фильтруют изображение поверхности калибровочной решетки фильтром «Plane».

3. Включают функцию поперечного сечения кнопкой  в меню инструментов. Затем протягивают линию (мышью при нажатии левой кнопки) перпендикулярно периодической структуре на изображении. Выбирают режим «Profile» (Профиль) с представлением профиля сечения поверхности с координатами, выраженными в нм. На рис. 5.8 приведен результат размещения линии поперечного сечения на изображении.

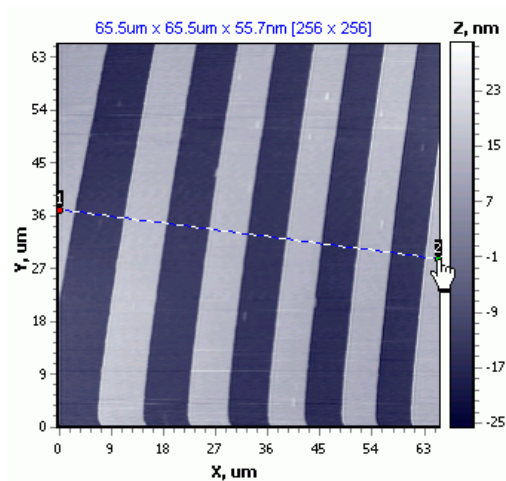


Рис. 5.8. Положение линии поперечного сечения на изображении

4. Проводят 4-5 профилей перпендикулярно направлению штрихов калибровочной решетки таким образом, чтобы суммарное количество пересеченных периодов решетки на трех изображениях равнялось 20. На профилях маркерами отмечают основание (подложку) и высоту каждого штриха решетки (рис. 5.6).

Обработка результатов измерений высотных параметров решетки, полученных с использованием режима «Профиль»

1. Данные по координатам высот каждого штриха попарно заносят в программу «Excel», вычисляют среднее арифметическое по 20 измерениям.
2. Сравнивают паспортное значение высоты штрихов с полученным значением в п. 1.
3. Если различие между паспортным и измеренным значением превышает погрешность изготовления решетки, корректируют калибровку высоты в программе «Surface Scan», изменяя значение «Z range» в меню калибровки в учетом коэффициента, полученного от деления паспортной величины штриха калибровочной решетки на измеренную. Новое значение «Z range» программой «Surface Scan» запоминается при выключении, поэтому необходимо отвести зонд от поверхности и произвести перезагрузку программы «Surface Scan».
4. Проверяют правильность калибровки по высоте повторным сканированием поверхности решетки и измерением высоты ее штрихов.

Обработка результатов измерений высотных параметров решетки в режиме «Гистограмма высот»

1. Полученное по п. 5–7, с. 11 изображение калибровочной решетки открывают в обрабатывающей программе «Surface View», фильтруют плоскостью, нормализуют.
2. Включают функцию «Гистограммы высот» («Height distribution»). На гистограмме отмечают значения малого и большого пиков. Вертикальный размер решеток оценивают по разнице между средними высотами высокого и низкого пиков гистограммы (рис. 5.7).

Контроль погрешности результатов измерений высотных параметров решетки

Контроль погрешности результатов измерений, полученных с использованием режима «Профиль»

1. Абсолютная погрешность измерения высоты решетки:

$$\Delta H = \bar{H} - H_i, \quad (5.2)$$

где H_i – i -е значение высоты решетки, мм;

\bar{H} – среднее арифметическое результата измерений высоты решетки, мм:

$$\bar{H} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n H_i, \quad (5.3)$$

где n – количество измерений ($n = 20$).

2. Относительная погрешность измерения высоты решетки:

$$\delta_H = \frac{\bar{H} - H_i}{H_i} \cdot 100 \%. \quad (5.4)$$

3. Среднее квадратическое отклонение результатов измерений (СКО):

$$S(H) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2}{(n-1)}}, \quad (5.5)$$

где $S(H)$ – оценка СКО результатов измерения высоты калибровочной решетки

4. Относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений высоты калибровочной решетки определяют по формуле:

$$\text{ОСКО}(H) = \frac{S(H) \cdot 100}{\sqrt{n} \cdot \bar{H}}, \quad (5.6)$$

где $\text{ОСКО}(H)$ – относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений высоты калибровочной решетки.

5. Доверительные границы ε случайной погрешности результата измерения:

$$\varepsilon_H = t \cdot S(H), \quad (5.7)$$

где ε_H – доверительные границы случайной погрешности результата измерения высоты калибровочной решетки;

t – коэффициент Стьюдента. При доверительной вероятности $P = 0,95$ и числе результатов измерений $n = 20$ $t = 2,086$

Контроль погрешности результатов измерений полученных с использованием режима «Гистограмма высот»

Относительная погрешность измерения высоты решетки:

$$\varepsilon_{\text{гист}} = \frac{|H_{\text{пасп}} - H_{\text{гист}}|}{H_{\text{пасп}}} \cdot 100 \%, \quad (5.8)$$

где $H_{\text{пасп}}$ – значение высоты решетки по паспорту, нм;

$\bar{H}_{\text{гист}}$ – значение высоты решетки, определенное с помощью режима «Гистограмма высот», нм.

Оформление результатов измерений высотных параметров решетки

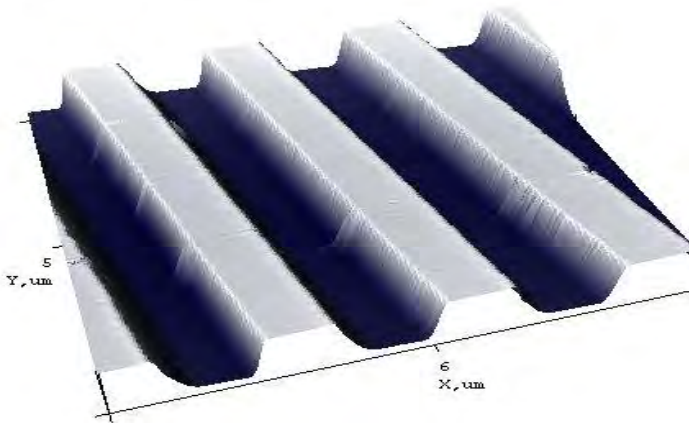
Результаты измерений высоты решетки представляют в виде АСМ-изображения (рис. 5.9) и табл. 5.1.

Таблица 5.1

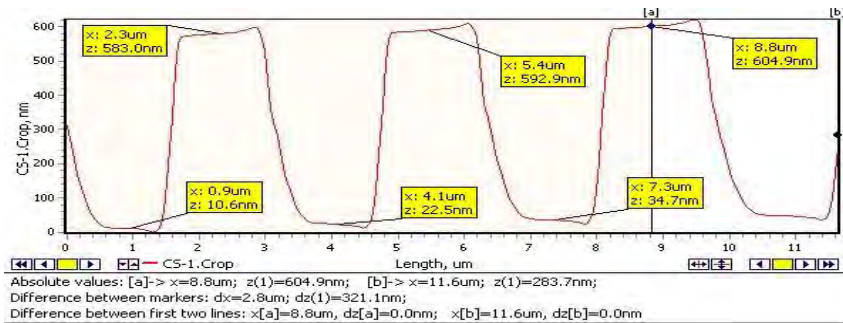
Результаты измерений высоты калибровочной решетки TGZ___ с высотой по паспорту ___нм при поле сканирования ___мкм

Режим «Профиль»				Режим «Гистограмма высот»	
№ измерения	Измененное значение, нм	ОСКО, %	ε_H	Разность высот пиков, нм	Относительная ошибка $\varepsilon_{\text{гист}}$, %
1					
.....					
20					
Среднее					

X: 11.8um Y: 10.3um Z: 737.3nm [2.2:1]
 Ra: 244.7nm Rq: 257.0nm



a



b

Рис. 5.9. АСМ-изображение калибровочной решетки TGZ3:
a – изображение топографии, поле сканирования 12×10 мкм;
b – профиль поперечного сечения штрихов решетки

Обработка результатов измерений латеральных параметров (периода) решетки

1. Данные по координатам краев каждой линии калибровочной решетки попарно заносят в программу «Excel», вычисляют среднее арифметическое по 20 измерениям.
2. Полученные значения сравнивают с паспортными значениями периода решетки 3 мкм.
3. Если различие между паспортным и измеренным значением превышает погрешность изготовления решетки, корректируют калибровку по плоскости в программе «Surface Scan», изменяя значения «X range» и «Y range» в меню калибровки в учетом коэффициента, полученного от деления паспортной величины периода калибровочной решетки на измеренную.
4. Проверяют правильность калибровки повторным сканированием поверхности решетки и измерением размера периода.

Контроль погрешности результатов измерений периода решетки

Формулы для определения относительной погрешности и ОСКО измерения периода калибровочной решетки аналогичны формулам (5.2–5.8).

Оформление результатов измерений латеральных параметров решетки

Результаты измерений представляют в виде табл. 5.2.

Таблица 5.2

Результаты измерений периода калибровочной решетки TGZ____
при поле сканирования _____ мкм

№ измерения	Измеренное значение, нм	ОСКО, %	ϵ_H
1			
.....			
20			
Среднее			

Содержание отчета

1. Отчет содержит цель работы, краткое изложение материала теоретической части с указанием принципа калибровки АСМ, типов калибровочных решеток и их назначения.

2. Результаты измерений представляют согласно рис. 5.9 и табл. 5.1 и 5.2 с использованием формул (5.2–5.8).

3. Выводы по результатам работы.

Изучена процедура калибровки АСМ НТ-206. Измеренные значения высоты калибровочной решетки ТGZ____ с высотой по паспорту ____ нм при обработке в режиме «Профиль» составили:

_____ (H нм $\pm \varepsilon_H$) при поле сканирования 20×20 мкм*;

_____ (H нм $\pm \varepsilon_H$) при поле сканирования 10×10 мкм и

_____ (H нм $\pm \varepsilon_H$) при поле сканирования 5×5 мкм.

При использовании режима «Гистограмма высот» измеренные значения высоты той же калибровочной решетки составили;

_____ нм, $\varepsilon_{\text{гист}}\%$ при поле сканирования 20×20 мкм;

_____ нм, $\varepsilon_{\text{гист}}\%$ при поле сканирования 10×10 мкм и

_____ нм, $\varepsilon_{\text{гист}}\%$ при поле сканирования 5×5 мкм.

Измеренные значения периода калибровочной решетки составили:

_____ (L нм $\pm \varepsilon_L$) при поле сканирования 20×20 мкм;

_____ (L нм $\pm \varepsilon_L$) при поле сканирования 10×10 мкм и

_____ (L нм $\pm \varepsilon_L$) при поле сканирования 5×5 мкм.)

*Размеры полей даны для примера.

Контрольные вопросы

1. Что такое калибровка?
2. Для чего проводят калибровку измерительной системы АСМ?
3. Как часто рекомендуется производить калибровку АСМ?
4. Что собой представляет калибровочные решетки АСМ?
5. Какие типы калибровочных решеток Вы знаете и для проверки каких параметров они предназначены?
6. Опишите процедуру калибровки АСМ.
7. Как проводится калибровка АСМ с использованием режимов «Профиль» и «Гистограмма высот»?

Литература

1. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В.Л. Миронов. – Нижний Новгород: РАН Институт физики микро-структур, 2004. – 110 с.
2. Арутюнов П.А., Толстихина А.Л. Атомно-силовая микроскопия в задачах проектирования приборов микро- и нанoeлектроники . Часть I / Микроэлектроника, 1999. – Т. 28. – № 6. – С. 405–414.
3. Арутюнов П.А., Толстихина А.Л. Атомно-силовая микроскопия в задачах проектирования приборов микро- и нанoeлектроники . Часть II / Микроэлектроника, 2000. – Т. 29. – № 1. – С. 13–22.
4. Сайт российских производителей зондовых микроскопов NT-MDT. – <http://www.ntmdt.ru>.

Лабораторная работа №6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ТОПОЛОГИЧЕСКИХ СЛОЕВ СУБМИКРОННЫХ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МИКРОСХЕМ

Цель работы: получить практические навыки определения толщины топологических слоев микросхем методом атомно-силовой микроскопии, освоить контроль отклонений высоты слоя по его длине.

Методические указания

Порядок проведения работ аналогичен предыдущей работе. Каждой подгруппе студентов выдается своя микросхема. Каждый студент в подгруппе получает самостоятельно изображение микросхемы при своем, определенном преподавателем размере поля сканирования.

Перед второй частью – измерением толщины слоев – рекомендуется уточнить у каждого студента, как он понимает слои на своем изображении.

Теоретическая часть

Высота топологических слоев интегральных микросхем (ИМС) является параметром, определяющим величину электрического сопротивления микросхемы, поэтому необходим контроль отклонений в высоте слоя по его длине. Изображение структуры поверхности топологического слоя несет информацию о его эксплуатационных свойствах.

Возможности методов оптической и сканирующей электронной микроскопии при исследовании тестовых структур ИМС

Оптическая микроскопия дает изображение ИМС, по которому возможно контролировать лишь грубые нарушения техпроцесса. На рис. 6.1 представлено оптическое изображение рельефа тестовой структуры – с размером рельефа 2 мкм, зазором между рельефами 2 мкм и интервалом между шинами 5 мкм. По нему можно контролировать неразрывность шин, отдельные крупные дефекты микро-

схемы. Однако, если не знать, какая цветовая гамма соответствует слою SiO_2 , а какая – монокристаллическому кремнию, по одному изображению без микроскопа определить это невозможно.

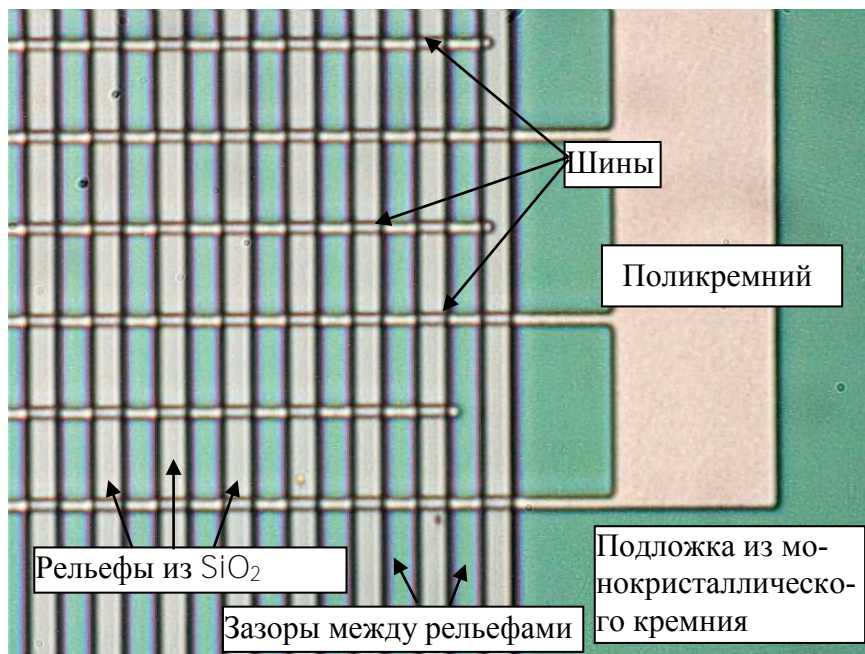


Рис. 6.1. Изображение фрагмента структуры теста формирования микрорисунка ИМС с рельефами 2×2 мкм и интервалом между шинами 5 мкм, полученное оптической микроскопией, $\times 150$

Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) является традиционным высокоразрешающим методом контроля качества структур ИМС. Его достоинства особенно очевидны, когда требуется собрать статистически обоснованный массив данных о точности контуров элементов ИМС в горизонтальной плоскости (рис. 6.2). При этом контуры нижележащего рельефа не просматриваются. Проблема может быть решена последовательной повторной съемкой одного и того же участка ИМС при фокусировке на верхнюю поверхность шины и при фокусировке на верхнюю поверхность рельефа. Однако высота элементов ИМС остается не определенной. Применение используемого в настоящее время методического под-

хода с получением скола и исследованием его СЭМ вносит погрешность из-за неперпендикулярности плоскости случайного скола поверхности подложки и трудности в расположении плоскости скола в камере электронного микроскопа таким образом, чтобы не вносились искажения в вертикальный размер шины (рис. 6.3). Так, по СЭМ-изображениям, представленным на рис. 6.3 вертикальный размер шин составляет более 1000 нм, что в связи с особенностью метода СЭМ, может давать большую ошибку. К достоверным данным при анализе данного излома относится факт, что шины имеют сечение в форме трапеции.

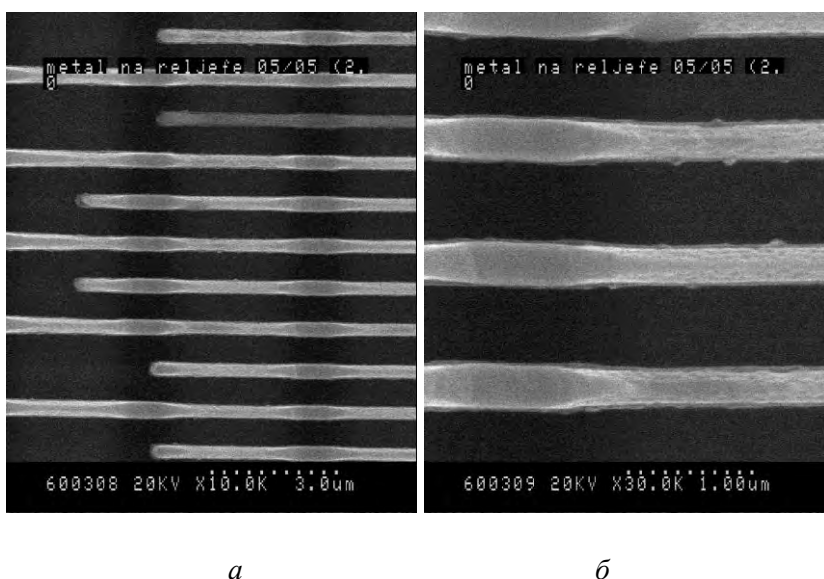
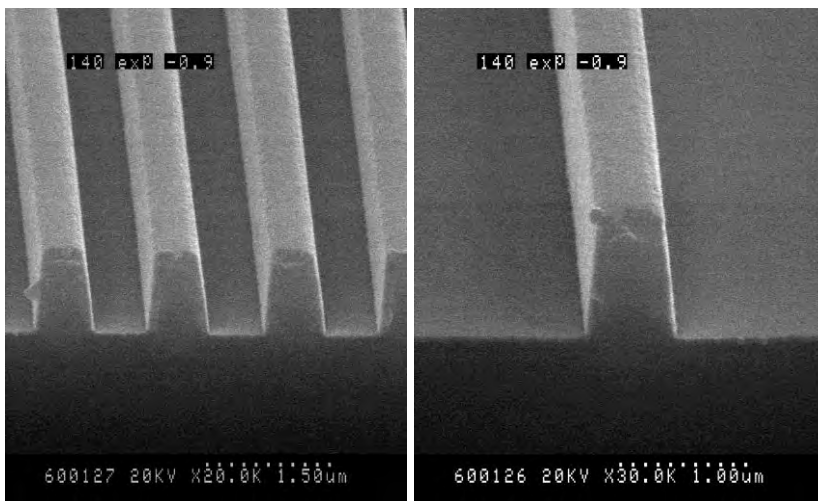


Рис. 6.2. СЭМ-изображение ИМС с алюминиевыми шинами в горизонтальной плоскости:
a – $\times 10000$; *б* – $\times 30000$



a

б

Рис. 6.3. СЭМ-изображение скола образца ИМС с шинами из поликристаллического кремния:
a – $\times 20000$; *б* – $\times 30000$

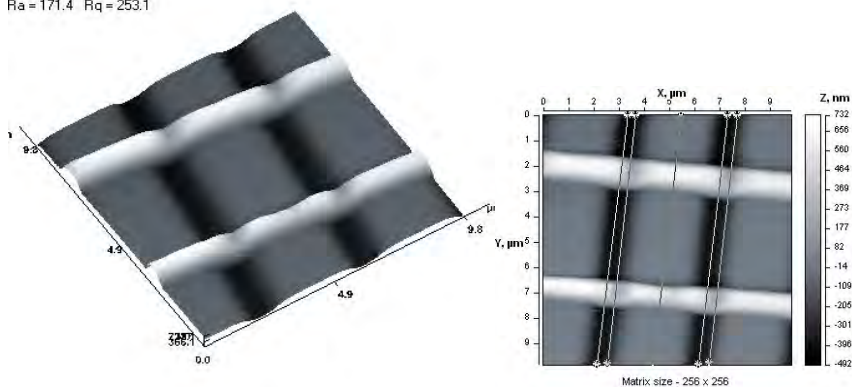
Возможности метода АСМ при анализе высот топологических слоев микросхем

Получение АСМ изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли зондового датчика. Образец устанавливается таким образом, чтобы шина располагалась вдоль направления сканирования. Тогда зонд микроскопа плавно поднимается от линии к линии и успевает обрабатывать высоту шины без срывов. Изменения вертикального положения иглы в каждой измеряемой точке формируют матрицу данных, которая описывает топографию поверхности. Полученное изображение топографии микросхемы служит исходным материалом для анализа структуры шины и для измерения отклонения высоты шины по ее длине. Методом АСМ возможно получить полное изображение трехслойной топографии «подложка – рельеф-шина» ИМС (рис. 6.4) с точной оценкой высоты элементов. Так, высота шин поликристаллического кремния по отношению к рельефам SiO_2 в приведенном примере

составляет 400 нм. Реальная форма шин поликристаллического кремния отличается от идеальной полосы. В середине выступающего рельефа SiO_2 шина имеет наименьшую ширину, а по границам рельефа и в промежутках между полосами рельефа – наибольшую. Кроме того, наблюдается сужение от основания шины к ее верхней поверхности: вертикальное сечение шин поликристаллического кремния, полученное методом АСМ, имеет форму трапеции.

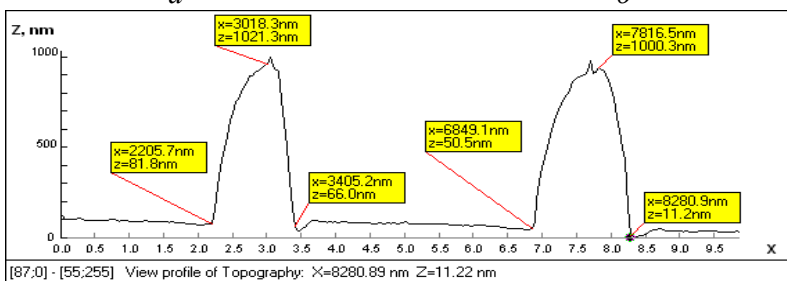
Выбор размера поля сканирования в АСМ определяется задачами исследования. Если необходимо проконтролировать дефектность шин, точность контура, их непрерывность следует использовать размер поля 30×30 – 70×70 мкм (в зависимости от возможностей прибора). Он позволяет охватить большой участок и в то же время отследить дефекты формы шины, если они есть. Для уточнения вида дефекта следует использовать поле 16×16 мкм и выбирать его в месте дефекта, обнаруженного на поле 32×32 мкм. Для измерения же вертикальных и горизонтальных размеров единичной шины предпочтительнее выбирать поле сканирования 10×10 мкм и меньше. При этом чем меньше размер поля, тем точнее измерения.

9.8 x 9.8 μm
 $\Delta = 1224.0 \text{ nm}$
 $Ra = 171.4 \quad Rq = 253.1$

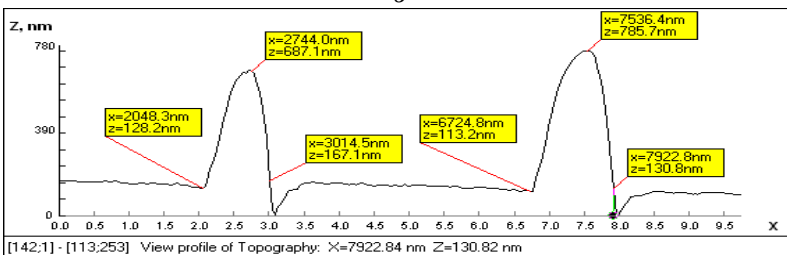


a

б



в



z

Рис. 6.4. АСМ-изображение топографии ИМС с гребенками из шин поликристаллического кремния с заданными габаритами: шириной шин 0,5 мкм, зазором между шинами 5 мкм на рельефе SiO_2 2×2 мкм при поле сканирования 10×10 мкм:
a – 3D-изображение ИМС; *б* – 2D-изображение поверхности с линиями сечения;
в – профиль поперечного сечения в центре промежутка;
z – профиль поперечного сечения в центре рельефа

Практическая часть

Подготовка к измерениям

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- отбирают подлежащие измерению микросхемы или тестовые матрицы, изготовленные по техпроцессу серийных микросхем;
- из микросхемы или тестовой матрицы вырезают образец размером не более 40×40 мм;
- устанавливают образец на столик АСМ и определяют ориентировочную высоту топологических слоев для выбора калибровочной решетки (TGZ3 или TGZ2), высота ступеней которой сопоставима с высотой топологических слоев ИМС;
- калибруют прибор согласно лаб. № 5.

Выполнение измерений

При выполнении измерений выполняют следующие операции:

- устанавливают в прибор новый зонд или тестируют на стандартной калибровочной решетке TGT установленный и работавший ранее;
- помещают образец на столик АСМ;
- используют матрицу сканирования размером 256×256 точек и размер поля сканирования 30×30–10×10 мкм;
- получают пять изображений микросхемы в различных точках образца, расположенных на расстоянии 1–5 мм;
- отводят иглу от образца на расстояние 1 мм и, используя шаговые микродвигатели прибора, перемещают образец на расстояние 5–10 мм от текущего положения зонда, после чего повторяют измерения;
- измерение параметров профиля слоев ИМС производят минимум в пяти точках образца.

Обработка результатов измерений

1. По «Гисторамме высот». Обработку результатов измерения толщины топологических слоев в микросхемах выполняют следующим способом. Полученный АСМ-файл обрабатывают в программе

визуализации изображения «Surface View». Фильтруют исходное изображение микросхемы фильтрами «Plane» и «Normalize» и применяют функцию «Гистограммы высот» (Height distribution). Построим гистограмму высот нормированной поверхности с несколькими пиками, соответствующими количеству формообразующих поверхностей (включая подложку, количество слоев + 1). Отмечаем маркерами попарно вершины пиков на гистограмме: первый и второй, затем второй и третий и фиксируем разность между высотами в программе обработки. Разница между вершинами пиков определяет толщину топологических слоев микросхемы.

2. По профилю. См. лаб. № 5.

Контроль погрешности результатов измерений (для профиля)

Контроль погрешности результатов измерений осуществляется по формулам для расчета относительной погрешности измерения и ОСКО.

1. Среднее арифметическое:

$$\bar{h} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n h_i, \quad (6.1)$$

где n – количество измерений ($n = 27$);

h_i – результат наблюдений высоты

2. Относительное среднее квадратическое отклонение результатов наблюдений (ОСКО):

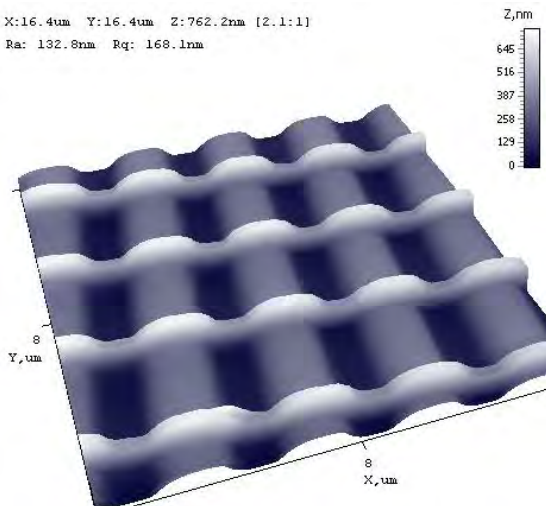
$$S(h) = \frac{1}{\bar{h}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n(n-1)}} \cdot 100\%, \quad (6.2)$$

где $S(h)$ – оценка ОСКО результатов измерения высоты топологического слоя;

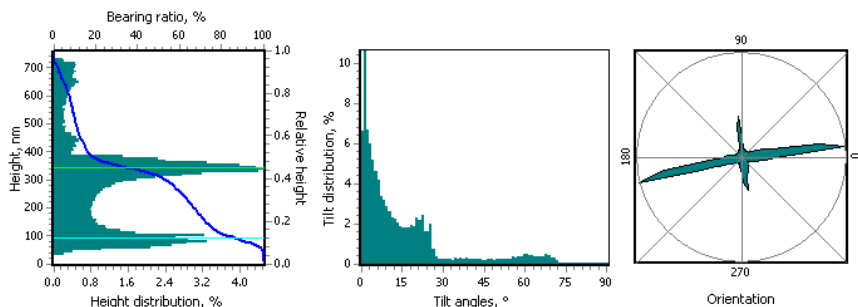
h_i – результат наблюдений;

n – число наблюдений.

X:16.4um Y:16.4um Z:762.2nm [2.1:1]
 Ra: 132.8nm Rq: 168.1nm



a



M1: H=347.3nm; Rel.H=0.46; Distr=4.3%; Ratio=34.40% dH=252.6nm Rel.dH=0.33
 M2: H=94.7nm; Rel.H=0.12; Distr=2.6%; Ratio=84.68%
 Tilt: middle=1.49°±0.50°; most frequent=1.50°±0.50°; Orientation: most frequent=194.00°±2.00°
 Hmean=287.72nm; Ra=132.83; Rq=168.12; Rsk=0.61; Rku=3.01

б

Рис. 6.5. АСМ-изображение топологических слоев микросхемы:
a – пространственное изображение ИМС; *б* – гистограмма высот поверхности
 фрагмента ИМС с отмеченными вторым и третьим пиком
 с разницей между ними 252,6 нм

Содержание отчета

1. Отчет содержит цель работы, краткое изложение материала теоретической части с указанием преимуществ метода АСМ при контроле высоты топологических слоев субмикронных ИС.
2. Результаты измерений представляют согласно рис. 6.5.
3. Вывод по результатам работы (Определена толщина топологических слоев микросхемы, которая составила ___ нм при использовании режима «Профиль», ___ нм при использовании режима «Гистограмма высот». Относительная ошибка определения при использовании режима «Профиль» составила _____ %).

Контрольные вопросы

1. Почему важно контролировать толщину топологических слоев микросхем?
2. Какие возможности контроля ИМС представляют оптическая и сканирующая электронная микроскопия?
3. В чем преимущество АСМ перед СЭМ и оптикой при контроле топологических слоев микросхем?
4. Опишите процедуру определения высоты топологического слоя ИМС с использованием режима «Профиль».
5. Опишите процедуру определения высоты топологического слоя ИМС с использованием режима «Гистограмма высот».

Литература

1. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В.Л. Миронов. – Нижний Новгород: РАН Институт физики микроструктур, 2004. – 110 с.
2. П.А. Арутюнов, А.Л. Толстихина Атомно-силовая микроскопия в задачах проектирования приборов микро- и нанoeлектроники. Часть I / Микроэлектроника, 1999. – Т. 28. – № 6. – С. 405–414.
3. П. А. Арутюнов, А. Л. Толстихина Атомно-силовая микроскопия в задачах проектирования приборов микро- и нанoeлектроники. Часть II / Микроэлектроника, 2000. – Т. 29. – № 1. – С. 13–22.
4. Сайт российских производителей зондовых микроскопов NT-MDT: <http://www.ntmdt.ru>.

Лабораторная работа №7

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛОКАЛЬНОГО МОДУЛЯ УПРУГОСТИ МЕТОДОМ СИЛОВОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Цель работы: получить практические навыки определения локального модуля упругости тонких поверхностных слоев материала методом силовой спектроскопии.

Методические указания

Работа занимает 4 часа и делится на две части. На первом занятии преподаватель при помощи проектора рассказывает о сущности метода определения локального модуля упругости с использованием АСМ, последовательность получения экспериментальных данных. В качестве исследуемых образцов предпочтительны упругие материалы или покрытия типа резин или твердых гелей. Каждый студент самостоятельно получает кривые «подвода – отвода» зонда в поверхность двух различных материалов и кремниевую подложку. Изображение острия зонда по решетке TGT получают одно на подгруппу.

На втором занятии преподаватель рассказывает об обработке данных в программе «Surface Explorer» и стандартном пакете «Excel». Студенты самостоятельно проводят расчеты.

Теоретическая часть

Зависимость силы от расстояния между зондовым датчиком и образцом

С помощью атомно-силового микроскопа можно изучать особенности локального силового взаимодействия зонда с поверхностью и на основании результатов данных исследований судить о свойствах поверхности различных образцов. С этой целью снимаются так называемые кривые подвода зонда к поверхности и кривые отвода. Фактически это зависимости величины изгиба кантилевера ΔZ (а следовательно, и силы взаимодействия зонда с поверхностью) от координаты z при сближении зондового датчика и образца. Аналогичные

измерения проводятся при удалении зонда от поверхности. Характерный вид зависимости $\Delta Z = f(z)$ изображен на рис. 7.1.

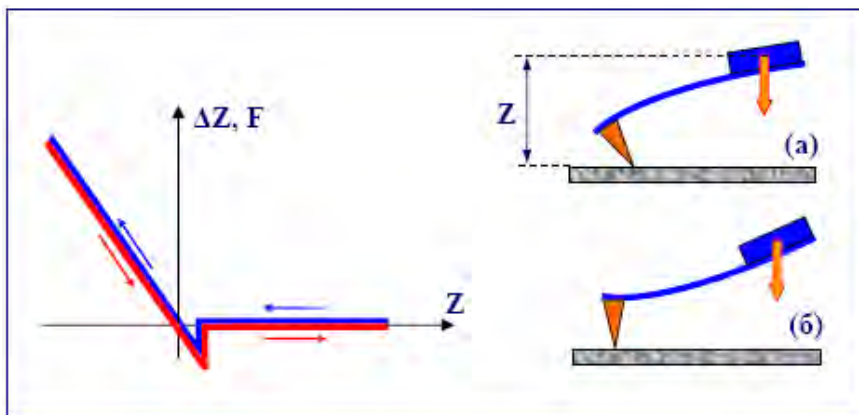


Рис. 7.1. Схематическое изображение зависимости изгиба кантилевера (силы взаимодействия зонда с поверхностью) от расстояния z между зондовым датчиком и поверхностью образца. Прямой и обратный ход показаны разным цветом

При приближении к поверхности образца зонд попадает в область действия сил притяжения. Это вызывает изгиб кантилевера в направлении к поверхности (рис. 7.1, вставка (а)). В этой области может наблюдаться явление скачка зонда к поверхности, обусловленное наличием большого градиента сил притяжения вблизи поверхности.

При дальнейшем сближении зондового датчика и образца зонд начинает испытывать отталкивание со стороны поверхности, и кантилевер изгибается в другую сторону (рис. 7.1, вставка (б)). Наклон кривой $\Delta Z = f(z)$ на этом участке определяется упругими свойствами образца и кантилевера. Если взаимодействие зонда и образца абсолютно упругое, то зависимость изгиба кантилевера от расстояния АСМ датчик - поверхность, регистрируемая на обратном ходе, совпадает с зависимостью, получаемой на прямом ходе (рис. 7.1). Для мягких (пластичных) образцов, таких как пленки органических материалов, биологические структуры и др., а также для образцов, на поверхности которых находятся адсорбированные слои различных материалов, кривые $\Delta Z = f(z)$ имеют более сложный характер. В этом случае на вид зависимости существенное влияние оказывают

эффекты капиллярности и пластичности. В качестве примера, на рис. 7.2 показаны кривые подвода-отвода для образца, содержащего на поверхности слой жидкости. На данных зависимостях наблюдается гистерезис, связанный с эффектами капиллярности. При подводе зондового датчика к образцу происходит смачивание зонда жидкостью, содержащейся на поверхности образца. При этом на границе контакта зонда с жидкостью формируется мениск. На зонд, погруженный в жидкость, действует дополнительная сила поверхностного натяжения. Это приводит к тому, что при отводе зондового датчика точка отрыва кантилевера от поверхности такого образца смещается в область больших Z .

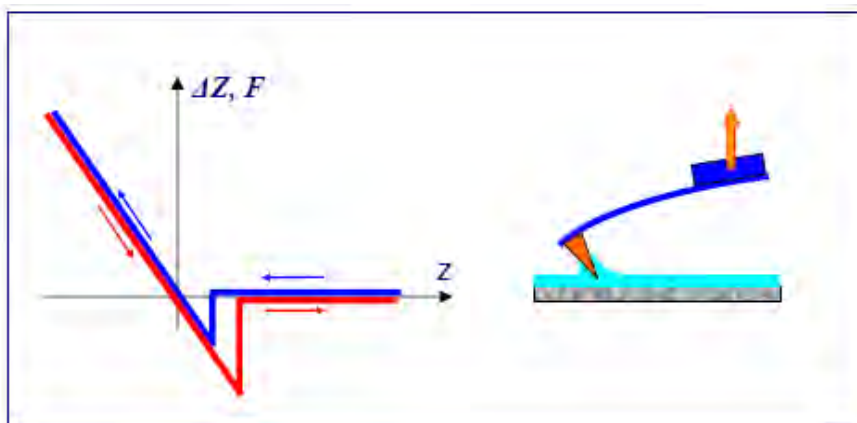


Рис. 7.2. Схематическое изображение зависимости изгиба кантилевера от расстояния Z между зондовым датчиком и образцом, содержащим на поверхности адсорбированный слой жидкости

Рассмотрим подробнее отдельные участки кривой подвода – отвода (рис. 7.3). С приближением датчика к поверхности образца (ветвь 4) зонд начинает все сильнее притягиваться к ней и при малой жесткости кантилевера может испытывать скачкообразный захват (участок CB на рис. 7.3).

Дальнейшее сближение вызывает отталкивание зонда и изгиб кантилевера (ветвь 3) в другую сторону. На ветви 1 можно определить локальную жесткость (модуль упругости) приповерхностных слоев материала. Движение датчика от поверхности приведет сначала

ла к разгрузке кантилевера до нуля (ветвь 2), а затем – к адгезионному удержанию его вплоть до отрыва в точке D . При абсолютно упругом поведении исследуемой поверхности ветви 1 и 2 практически совпадают. Однако для полимерных, биологических и других материалов кривые имеют более сложный характер. Он существенно зависит от наличия адсорбированных слоев влаги и других веществ на поверхности. На врезке показана зависимость $F(r)$ для взаимодействия в жидкой среде.

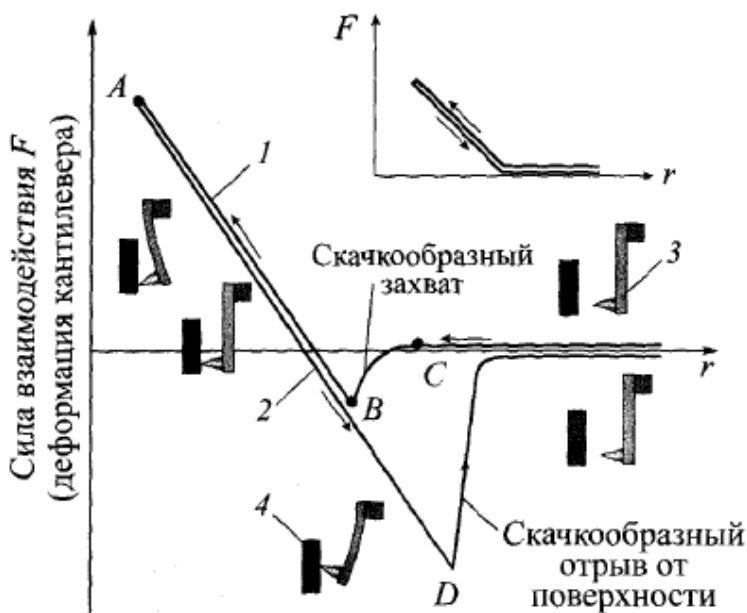


Рис. 7.3. Схематическое изображение зависимости силы взаимодействия зонда AFM с твердой поверхностью от расстояния между ними в режиме сближения и удаления на воздухе

На участке AB возможно измерение локальной жесткости материала при контактном взаимодействии.

Таким образом, по виду зависимостей $\Delta Z = f(z)$ можно судить о характере взаимодействия зонда с поверхностью, исследовать локальную жесткость в различных точках образца, изучать распределение сил адгезии на поверхности образцов.

Определение локального модуля упругости в модели АСМ НТ-206

Для определения модуля упругости регистрируют процесс вдавливания зонда в виде диаграммы «нагрузка на зонд – глубина вдавливания». Значение модуля упругости покрытия находят по углу наклона кривой «нагрузка – глубина вдавливания». От глубины вдавливания и упругости материала зависит изгиб микроконсоли зонда при сближении с поверхностью образца.

Выбор параметров измерения: положения и диапазона сближения зонд-образец, количества точек измерения и осреднения, производят из панели силовой спектроскопии АСМ НТ-206. Система прибора перемещает образец к зонду, контролируя положение образца. При этом регистрируется параметр изгиба консоли зонда в единицах электрического сигнала на фотодетекторе (Z_{def}^*). Предполагается, что постоянный сигнал в начальной стадии сближения соответствует положению острия зонда в свободном состоянии, т.е. не изогнутой консоли зонда. Образец постепенно сближается с зондом в пределах предварительно установленного диапазона за счет вертикального движения (расширения) пьезосканера и затем удаляется (при сжатии пьезосканера) с равными шагами. По результатам измерений строится зависимость изгиба консоли от параметра расстояния (положения зонда) Z_{pos} .

Измеренные данные отображают в графическом виде, а также в текстовом файле для использования при численной обработке.

Результаты индентирования оценивают на основании зависимости глубины индентирования δ от величины приложенной нагрузки P . Проведенные оценки показывают, что деформацию покрытий в данном диапазоне можно считать упругой. В таком случае модуль упругости образца можно рассчитать исходя из теории Герца:

$$E = \frac{(3/4) \cdot (1 - \nu^2) \cdot P}{\sqrt{R} \cdot \delta^{\frac{3}{2}}}, \quad (7.1)$$

где ν – коэффициент Пуассона образца, $\nu = 0,3$;
 P – величина нагрузки на зонд, Н;

$$P = kZ_{def},$$

где k – жесткость консоли зонда, Н/м;

δ – глубина внедрения зонда в поверхность, нм:

$$\delta = Z_{pos} - Z_{def},$$

где Z_{pos} – величина перемещения столика, нм

Z_{def} – величина отклонения консоли при внедрении зонда в материал, нм:

$$Z_{def} = cZ_{def}^*,$$

c – нормировочный коэффициент, который определяется экспериментально.

Здесь не учитывается модуль упругости алмазного индентора, поскольку можно предположить, что он намного выше величины модуля упругости для исследуемого образца.

Жесткость консоли зонда k определяют по формуле:

$$k = \frac{1}{4} \cdot E \cdot W \cdot \frac{t^3}{l^3}, \quad (7.2)$$

где E – модуль упругости консоли;

W – ширина консоли;

t – толщина консоли;

l – длина консоли.

Практическая часть

Подготовка к измерениям

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.


1. Оценивают радиус закругления острия R с помощью метода электронной микроскопии.

2. Осуществляют измерение геометрических параметров консоли зонда (длина до точки закрепления, ширина, толщина) с использованием оптического микроскопа.

3. Расчетным путем по формуле (7.2) определяют жесткость консоли зонда k .

4. Устанавливают на столик АСМ шлиф материала с известным модулем нормальной упругости, сопоставимый с модулем упругости материала острия (кремний или алмаз).

5. Подводят зонд к поверхности образца.

6. Выполняют спектроскопию, выбирая функцию «Spectroscopy in Point». Функция статической силовой спектроскопии запускается командой меню *Task > Spectroscopy in point* или нажатием кнопки  в линейке инструментов. Также эту функцию можно запустить из панели *Main*, установив в ее селекторе Task задачу *Spectroscopy in point*, а в селекторе Mode режим *STATIC*.

Специальные настройки данной функции производятся в панели *FvsD*. При этом на панели *FvsD* выбирают: Points 500, Delay per point 3000, Delay last point 100. Данными параметрами задают скорость сближения образца и зонда.

Вид полученных кривых в окне визуализации измеренных данных *View spectroscopy data* (рис. 7.4).

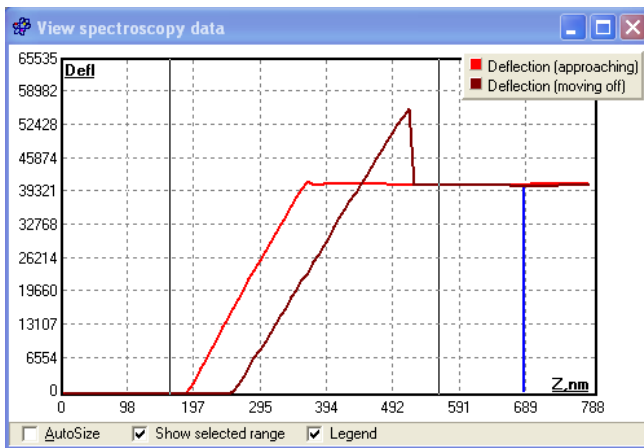


Рис. 7.4. Кривые «подвода–отвода», получаемые в процессе статической силовой спектроскопии

Записывают полученные кривые в формате *.txt и *.bmp. В дальнейшем по калибровочным кривым рассчитывается нормировочный коэффициент c , позволяющий перевести значение отклонения консоли из электрических сигналов на фотоприемнике в нм.

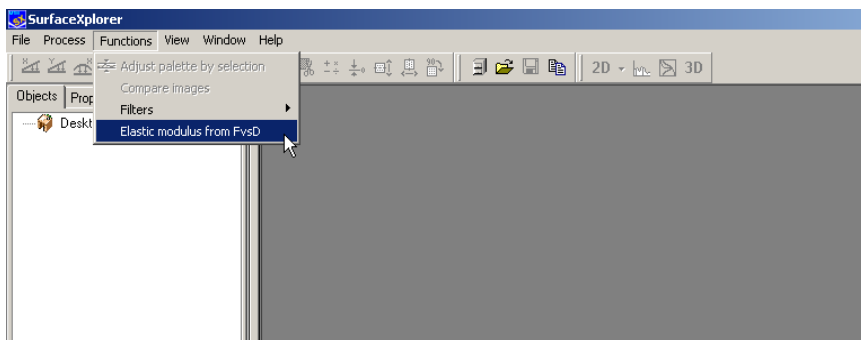
Выполнение измерений

1. Устанавливают на столик АСМ образец с измеряемым материалом или покрытием.
2. Повторяют действия п. 5–6, с. 36 предыдущего подраздела для измеряемого образца.

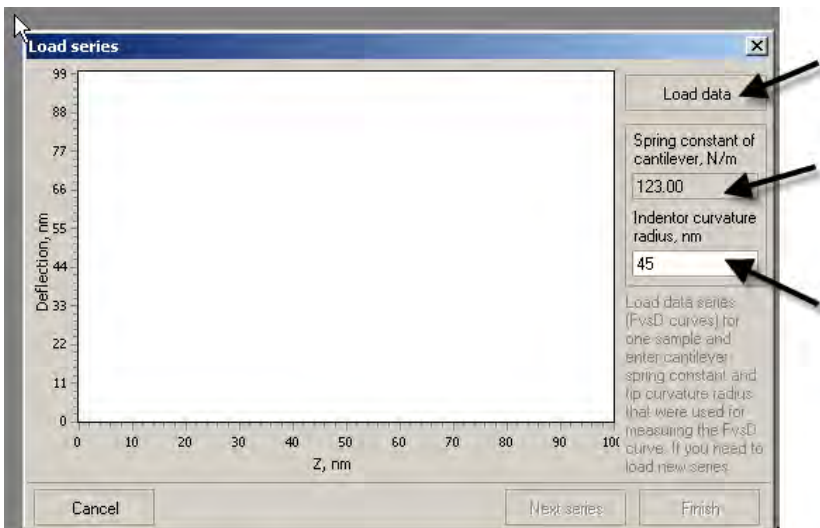
Обработка результатов измерений по наноиндентированию

Этап 1. Обработка данных в программе SurfaceXplorer

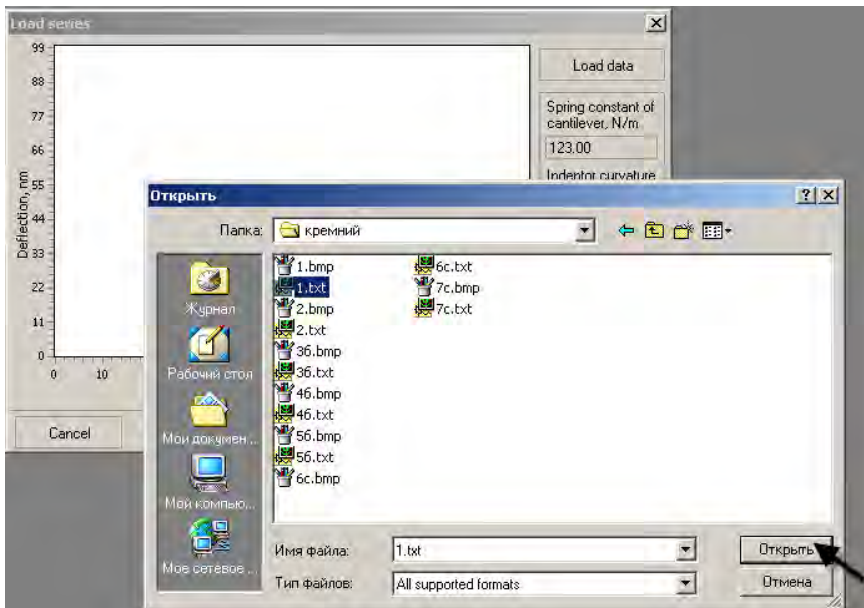
1. Данные индентирования (кривая подвода) сохранены в виде *.txt и *.bmp файлов.
2. Для обработки данных необходимо запустить программу SurfaceXplorer. В меню выбираем позицию Functions, в открывшемся развороте – команду Elastic modulus from FvsD.



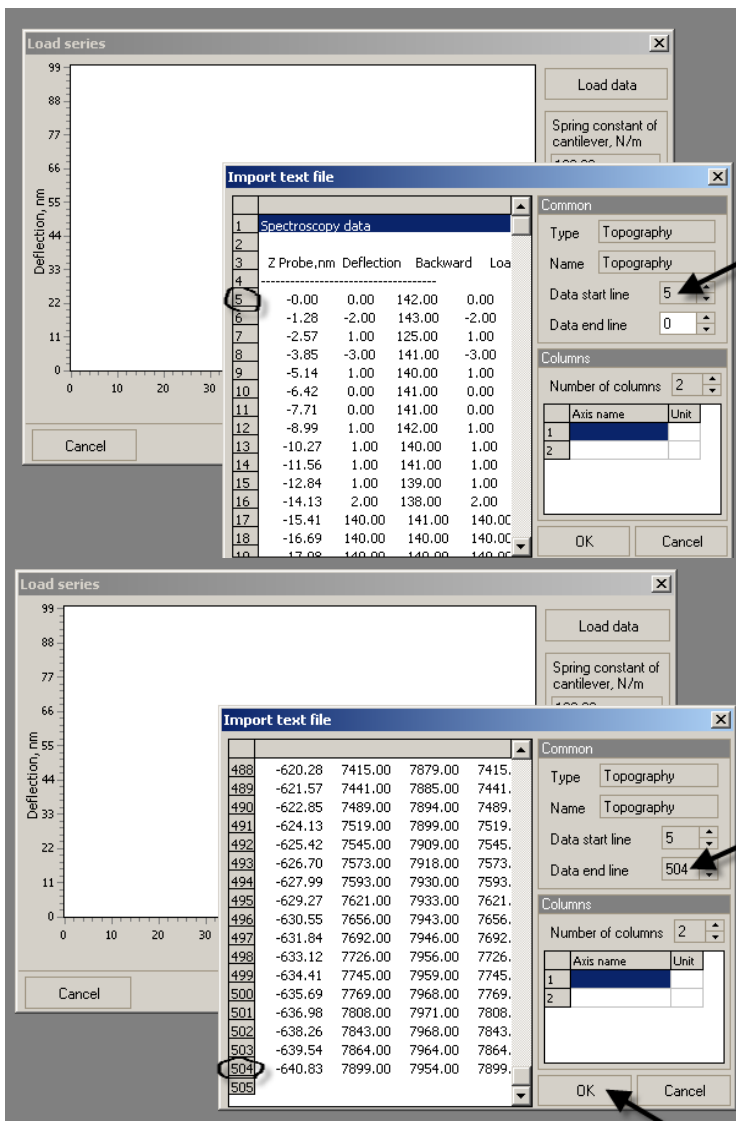
3. В открывшемся окне Load series нужно задать значения жесткости консоли, радиуса острия зонда; нажатием кнопки Load data приступаем к загрузке данных.



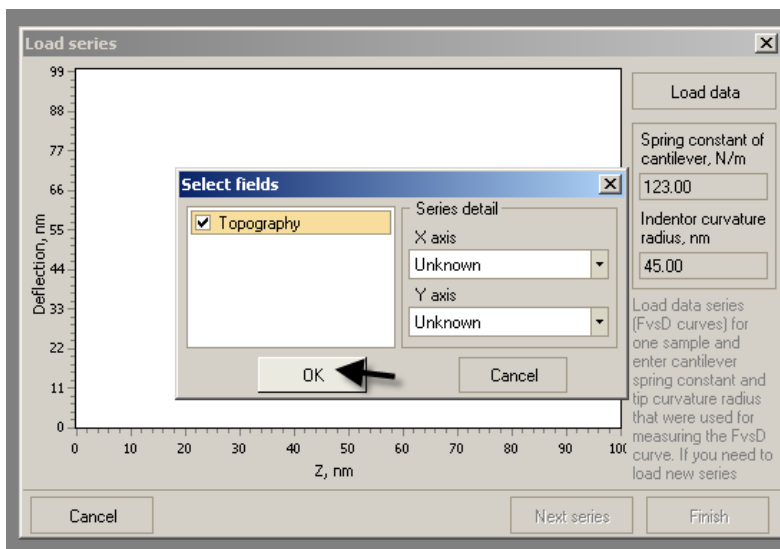
4. Выбираем необходимый нам текстовый файл из соответствующей папки.



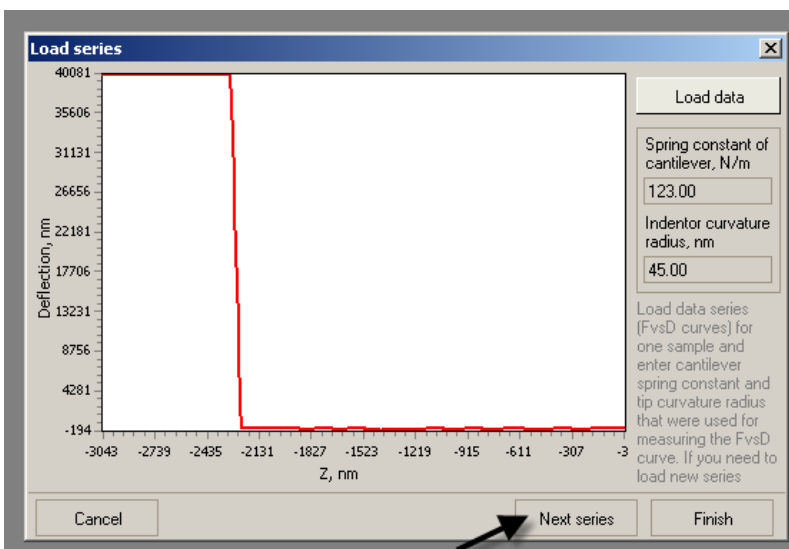
5. В окне Import text file необходимо заполнить окошки Data start line и Data end line, нажать ОК.



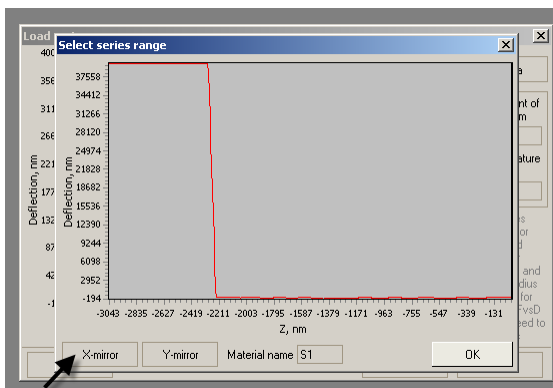
В окне Select fields нажимаем ОК.



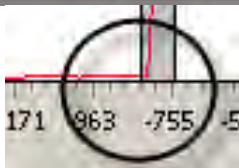
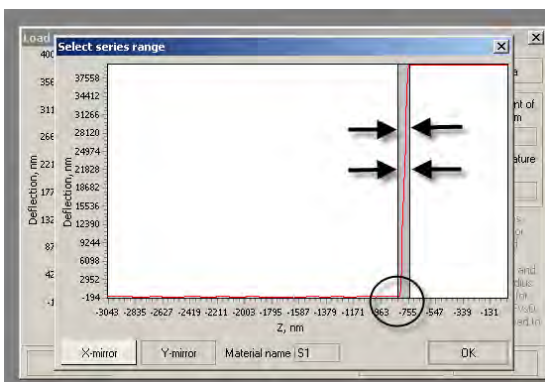
6. В окне Load series видим кривую подвода, нажимаем кнопку Next series.



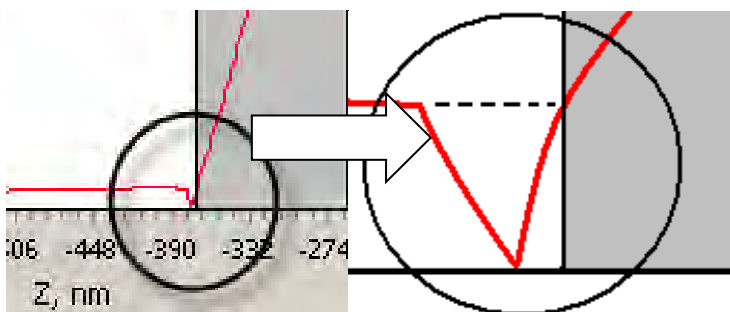
7. В окне Select series range график можно редактировать. Зеркально отображаем его по оси OX с помощью кнопки X-mirror.



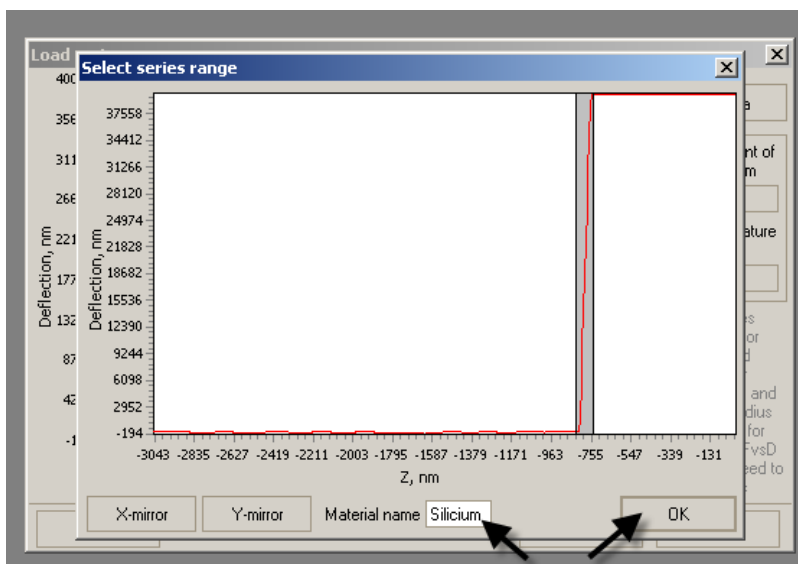
8. Необходимо очень точно определить начальную точку (точку касания острия зонда с поверхностью образца), для этого передвигаем левую границу области и устанавливаем ее как можно точнее в точке отрыва кривой подвода от нулевого значения. Правую границу области передвигаем до тех пор, пока вся наклонная кривая не будет заключена между границами области.



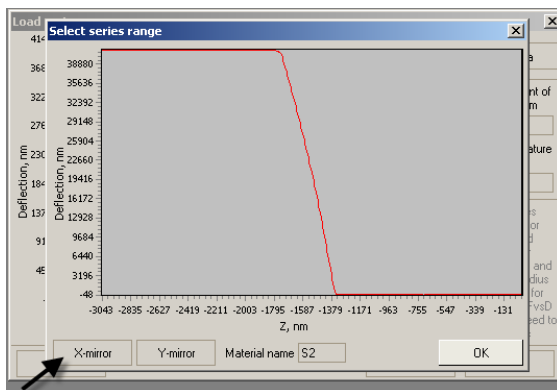
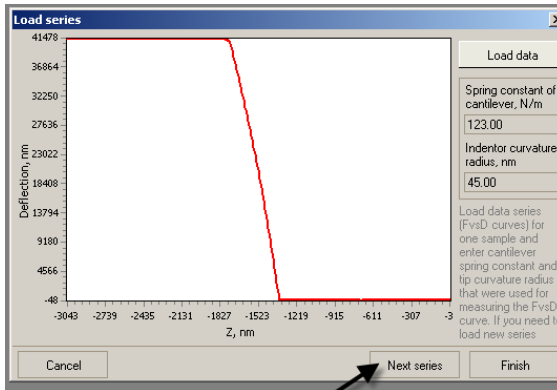
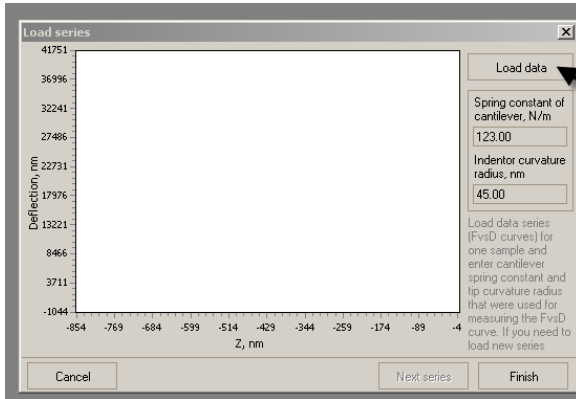
Если кривая подвода содержит всплеск, то начальная точка определяется как точка пересечения визуально продолженного нулевого уровня кривой и наклонной кривой.

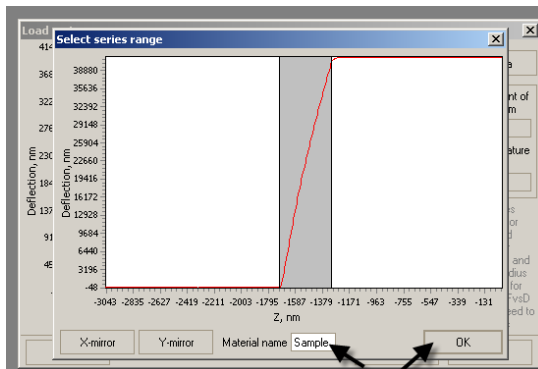
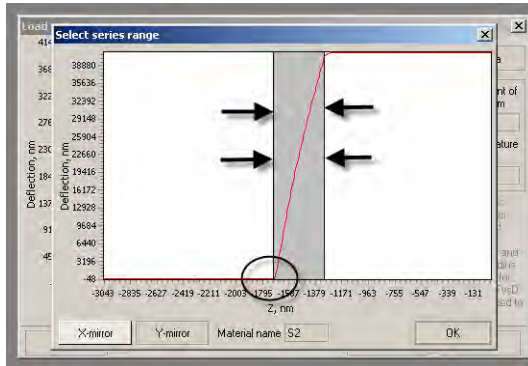


9. Определяем название исследуемого образца в окошке Material name, нажимаем ОК.

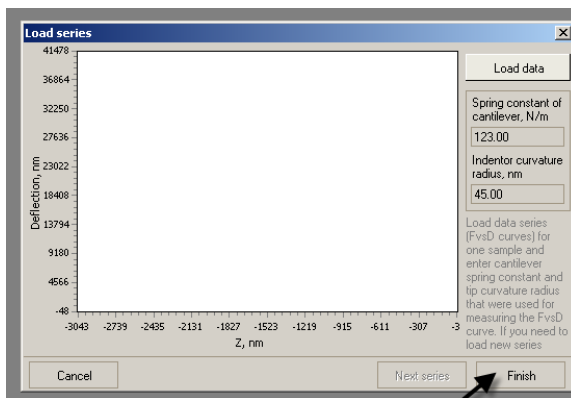


10. Если необходимо обработать еще какие-то данные, то в новом чистом окне Load series нажимаем кнопку Load data и действуем аналогично пунктам 4–10. Если все необходимые данные индексирования уже загружены, то переходим к пункту 11.

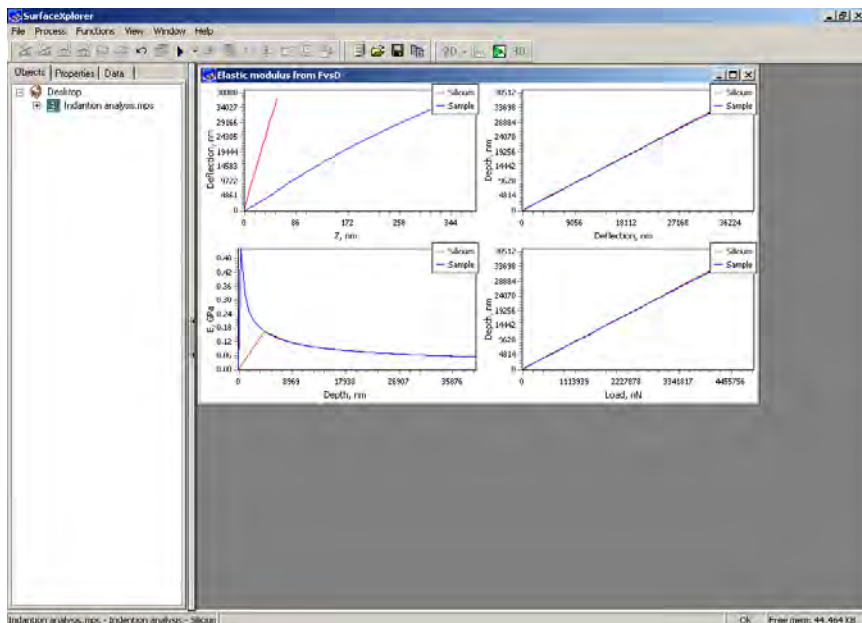




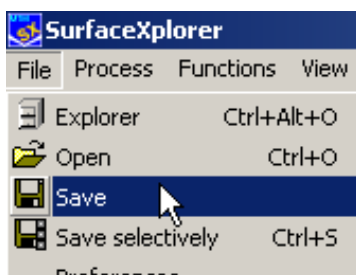
11. Завершаем обработку данных нажатием кнопки Finish.

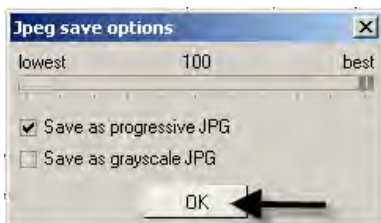
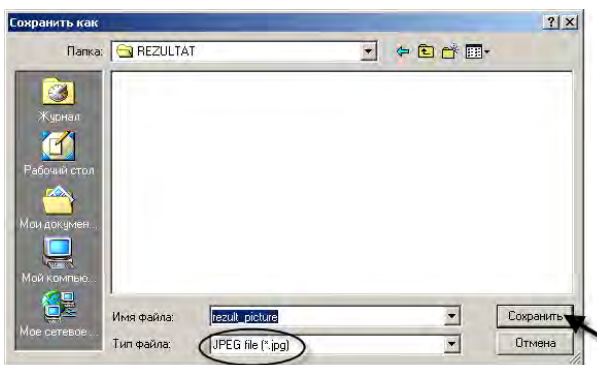
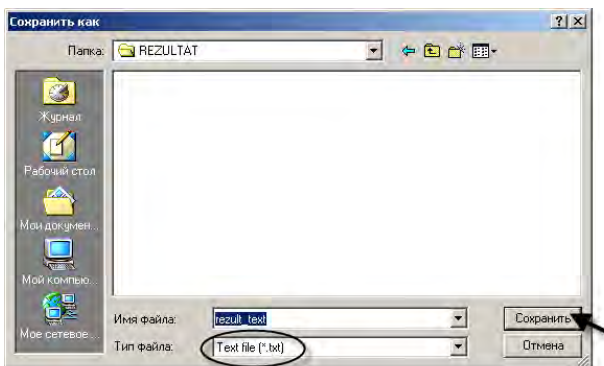


12. Появляется окно с изображениями результатов. Однако только график Deflection содержит истинную информацию, остальные графики ошибочные. Значения Deflection получены в безразмерных единицах.



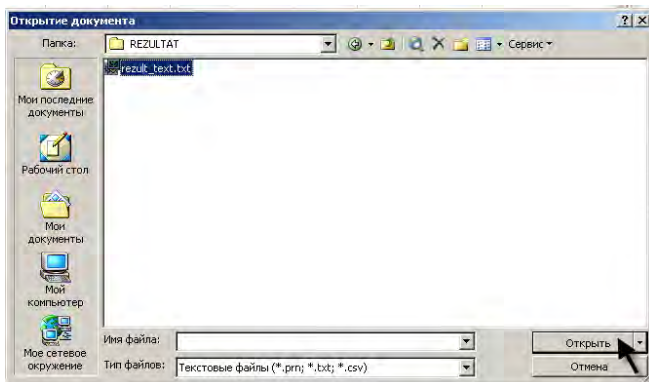
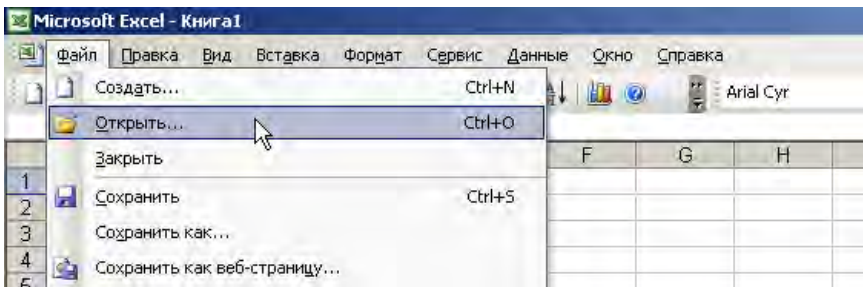
13. Сохраняем информацию в виде *.txt и *.jpg файлов.



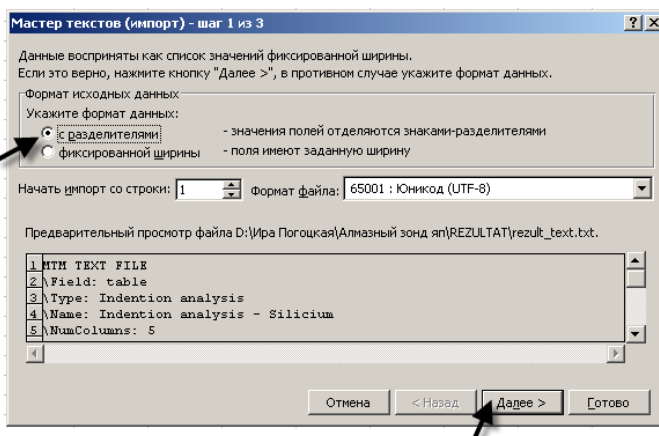


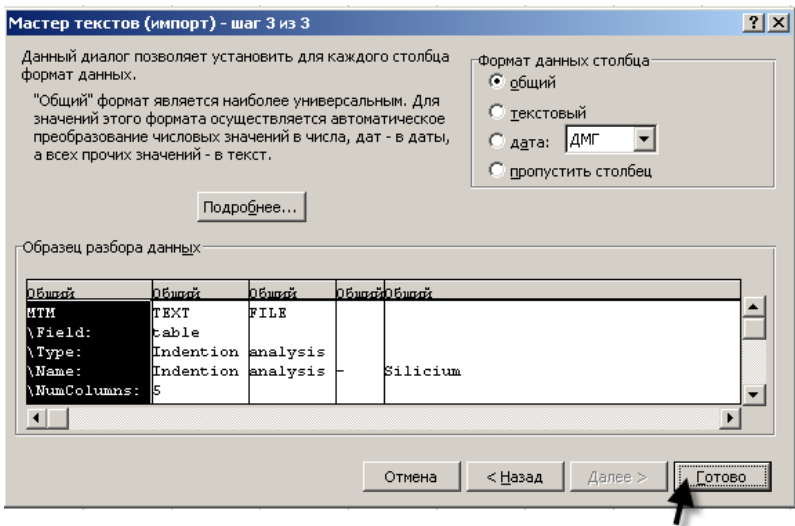
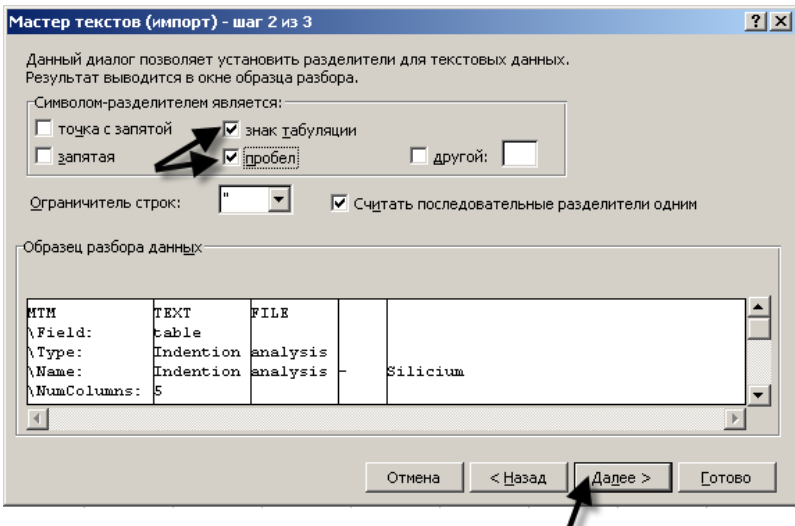
Этап 2. Обработка данных в пакете Excel

14. Дальнейшая работа будет проходить в Excel. Запускаем его, открываем текстовый файл с результатами обработки данных в SurfaceXplorer.



15. В появляющихся окошках необходимо указать формат данных (с разделителями), символы-разделители (знак табуляции, пробел), нажать «готово».

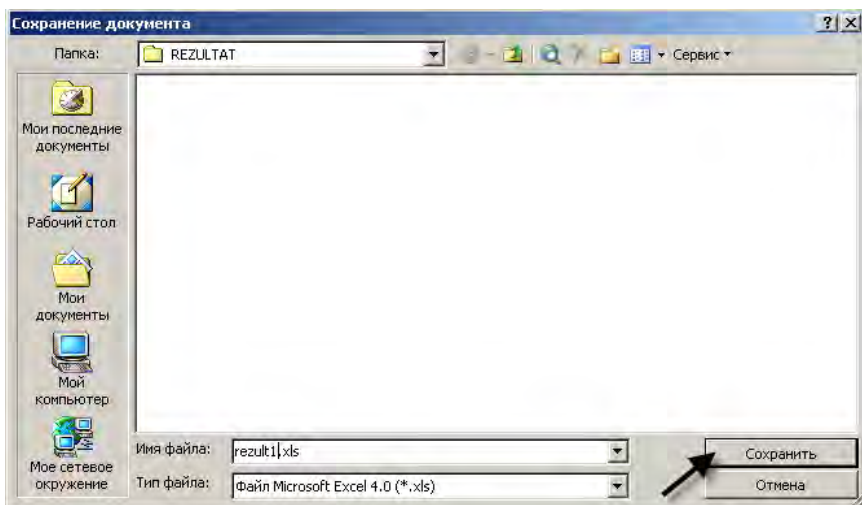
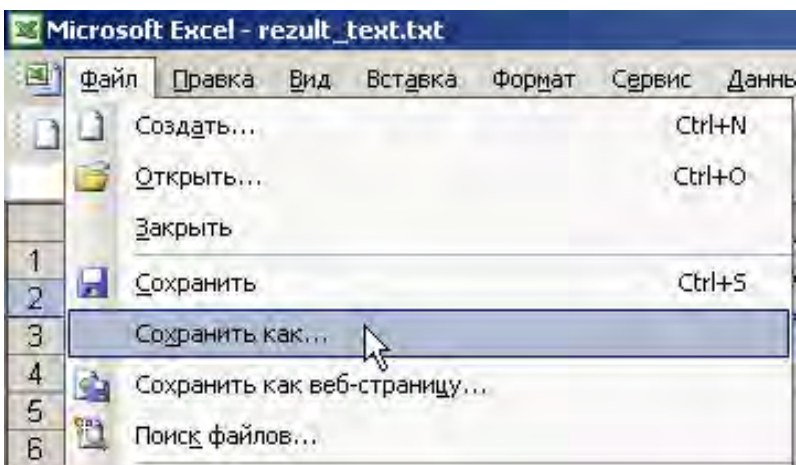




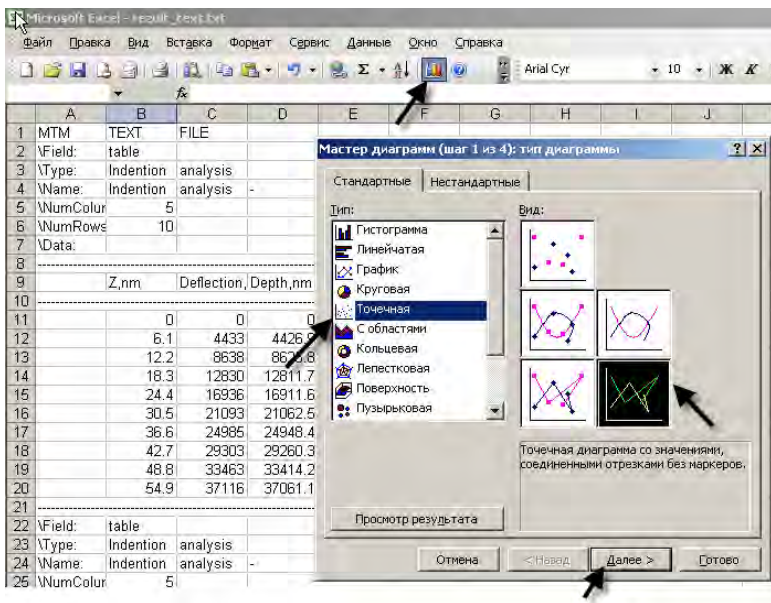
16. Документ Excel будет выглядеть следующим образом:

	A	B	C	D	E	F	G
1	MTM	TEXT	FILE				
2	\Field:	table					
3	\Type:	Indentation	analysis				
4	\Name:	Indentation	analysis	-	Silicium		
5	\NumColor	5					
6	\NumRows	10					
7	\Data:						
8	-----						
9		Z,nm	Deflection, nm	Depth, nm	Load, nN	E, GPa	
10	-----						
11		0	0	0	0	0	
12		6.1	4433	4426.9	545259	0.165	
13		12.2	8638	8625.8	1062474	0.118	
14		18.3	12830	12811.7	1578090	0.097	
15		24.4	16936	16911.6	2083128	0.084	
16		30.5	21093	21062.5	2594439	0.076	
17		36.6	24985	24948.4	3073155	0.07	
18		42.7	29303	29260.3	3604269	0.064	
19		48.8	33463	33414.2	4115949	0.06	
20		54.9	37116	37061.1	4565268	0.057	
21	-----						
22	\Field:	table					
23	\Type:	Indentation	analysis				
24	\Name:	Indentation	analysis	-	Sample		
25	\NumColor	5					
26	\NumRows	24					
27	\Data:						
28	-----						
29		Z,nm	Deflection, nm	Depth, nm	Load, nN	E, GPa	
30	-----						
31		0	0	0	0	0	
32		6.1	455	448.9	55965	0.525	

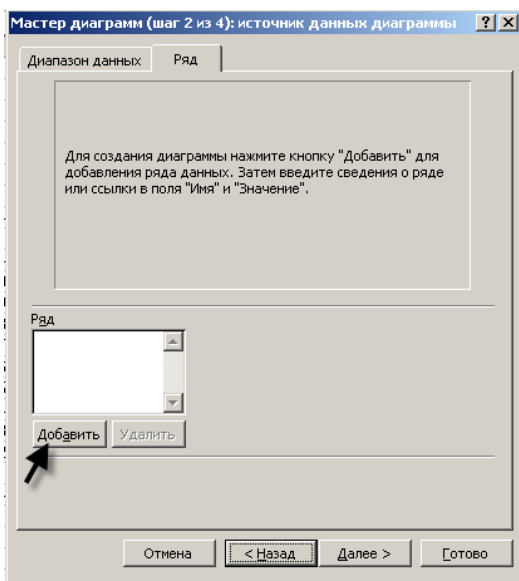
17. Сохраняем файл в формате *.xls.



18. Нажимаем кнопку «мастер диаграмм» на панели инструментов, в появившемся окне выбираем тип диаграммы «точечная», вид «точечная диаграмма со значениями, соединенными отрезками без маркеров».



Добавляем ряд данных.



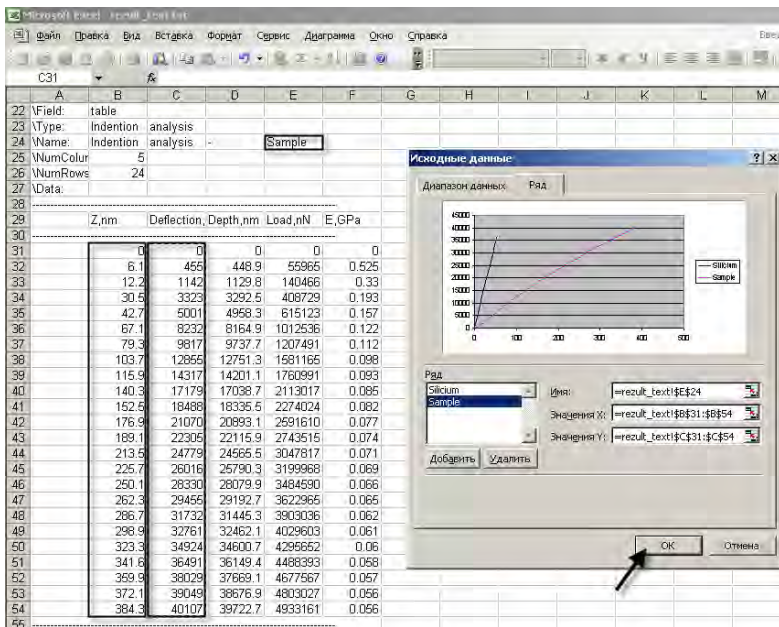
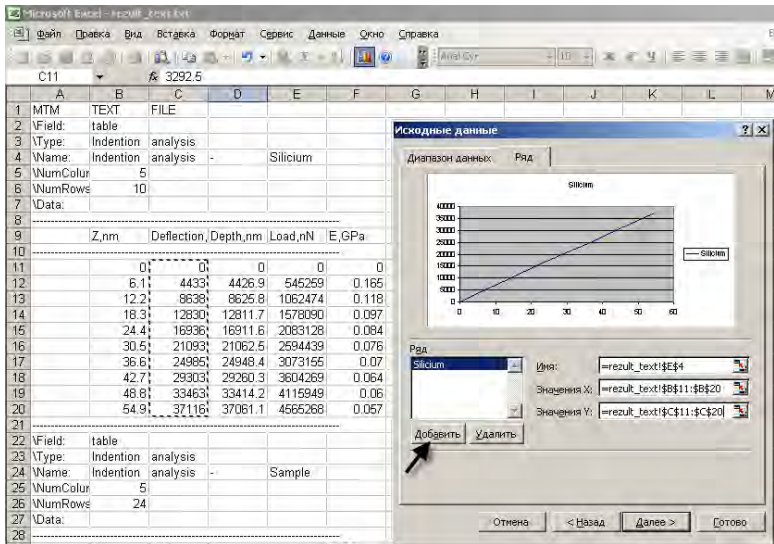
Ставим курсор в ячейку «Имя», наводим мышь на название образца, выделяем его. Адрес клетки с названием образца автоматически помещается в ячейку «Имя». Аналогично заполняются ячейки «Значения X» (выделяем столбец «Z, nm») и «Значения Y» (выделяем столбец «Deflection»).

The screenshot shows a Microsoft Excel spreadsheet with the following data table:

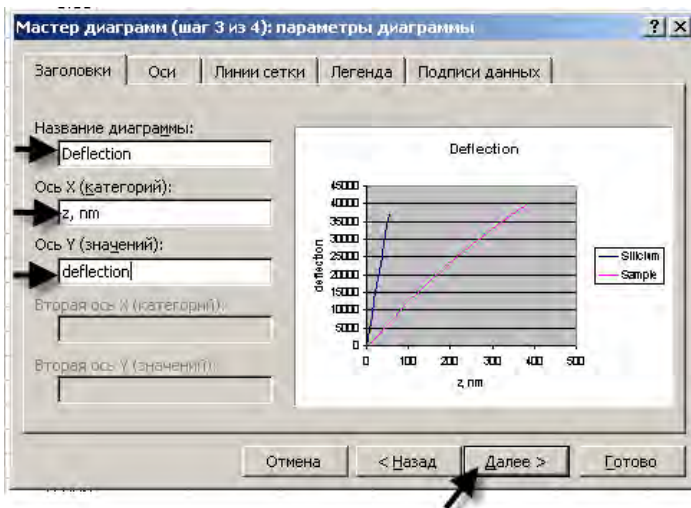
	Z_nm	Deflection,Depth_nm	Load,nN	E GPa
11	0	0	0	0
12	6.1	4433	4426.9	545259
13	12.2	8638	8626.8	1062474
14	18.3	12830	12811.7	1566900
15	24.4	16936	16911.6	2083126
16	30.5	21093	21062.5	2594439
17	36.6	24985	24948.4	3073155
18	42.7	29303	29260.3	3604268
19	48.8	33463	33414.2	4115949
20	54.9	37116	37061.1	4565268

The chart wizard dialog box is open, showing the data range and the chart type 'Line'. The 'Имя' field is set to 'Silicon', 'Значения X' is set to 'Z_nm', and 'Значения Y' is set to 'Deflection,Depth_nm'. The 'Добавить' button is highlighted.

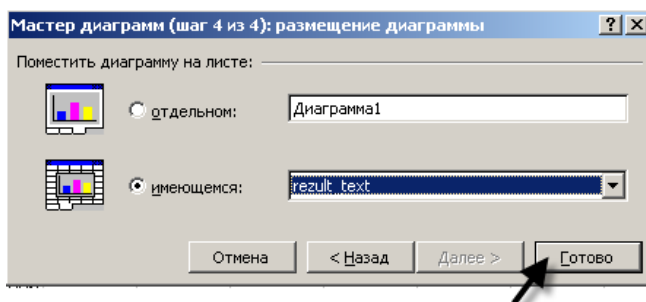
Добавляем ряды данных для каждого материала.



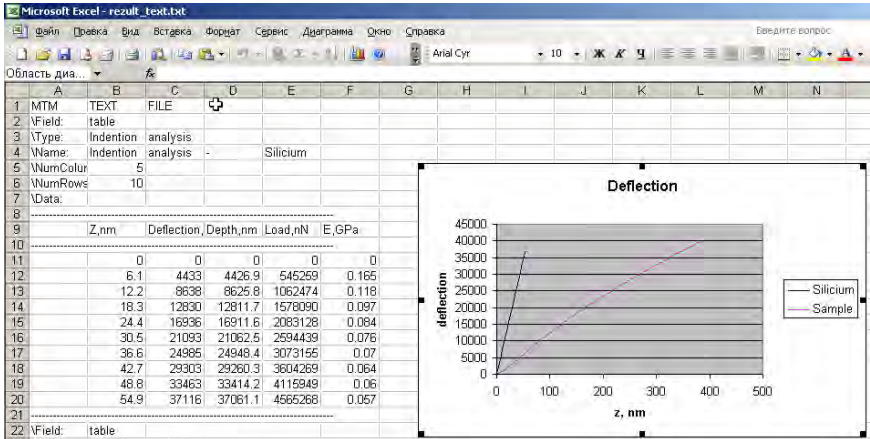
Вводим название диаграммы, названия осей, нажимаем «Далее».



«Готово».



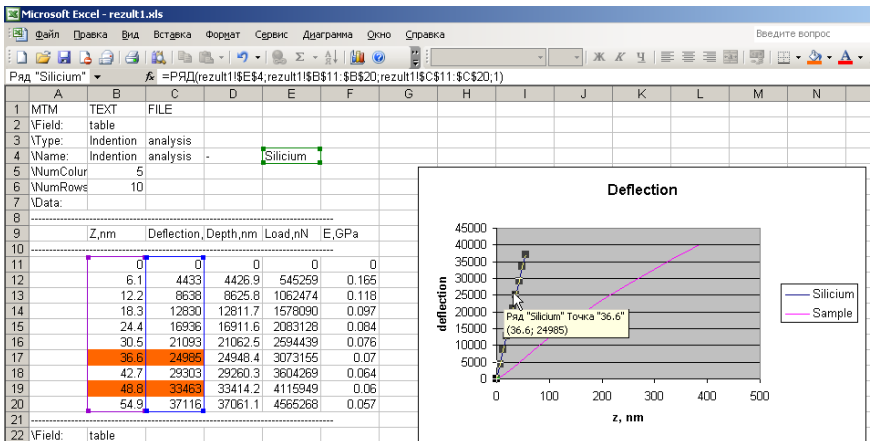
19. Получаем график Deflection.

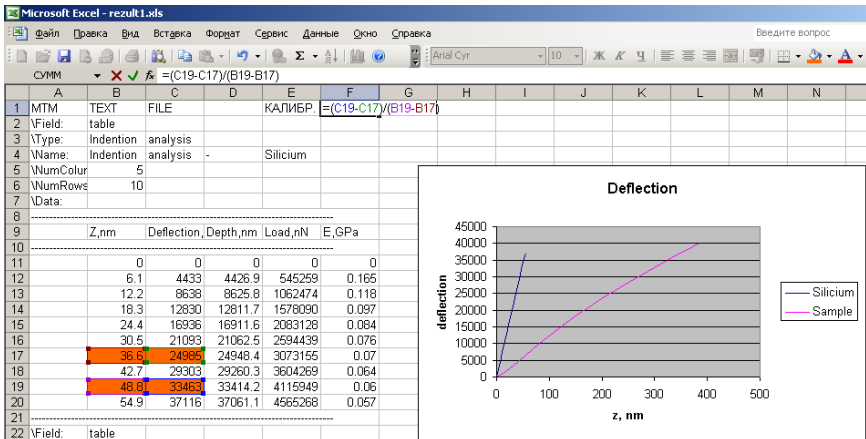


20. Определяется калибровочный коэффициент по самой жесткому образцу (по самой высокой кривой) (обычно это кривая кремния). Считается, что кремниевая игла не проникает в исследуемый образец кремния. Поэтому полагают, что все изменение расстояния зонд-образец, Z , идет на изгиб консоли, Deflection. Таким образом, кривая кремния должна быть наклонена к оси Z под углом 45° .

Выбирается линейный участок самой высокой кривой ближе к концу, выбираются на участке две точки (k -ая и m -ая), и калибровочный коэффициент вычисляется:

$$coef = \frac{defl_k - defl_m}{Z_k - Z_m}, \text{ где } k > m.$$





21. Необходимо заменить названия столбцов «Depth, Load, E» на «defl(real), nm; depth, nm; E, Pa» для каждого из образцов. Здесь delf(real) – реальный изгиб консоли, полученный после калибровки; depth – глубина проникновения зонда в образец; E – модуль упругости образца.

Z, nm	Deflection, nm	defl(real), nm	depth, nm	E, Pa
0	0	0	0	0
6.1	4433	6.37917	-0.27917	
12.2	8638	12.43024	-0.23024	
18.3	12830	18.46261	-0.16261	
24.4	16936	24.37122	0.02878	6.25E+13
30.5	21093	30.35322	0.14678	6.75E+12
36.6	24985	35.95388	0.646119	8.66E+11
42.7	29303	42.16756	0.532437	1.36E+12
48.8	33463	48.15388	0.646119	1.16E+12
54.9	37116	53.41062	1.489384	3.68E+11

22. Также необходимо заменить содержание этих трех столбцов для каждого из образцов. Значения столбца defl(real) вычисляются:

$$defl(real) = \frac{Deflection}{koef}$$

Microsoft Excel - rezult 1.xls

Файл Правка Вид Вставка Формат Сервис Данные Окно С

D12 fx =C12/\$F\$1

	A	B	C	D	E	F
1	MTM	TEXT	FILE		КАЛИБР	694.918
2	\Field:	table				
3	\Type:	Indentation	analysis			
4	\Name:	Indentation	analysis		Silicium	
5	\NumColor	5				
6	\NumRows	10				
7	\Data:					
8	-----					
9		Z,nm	Deflection	defl(real),n	depth,nm	E,Pa
10	-----					
11		0	0	0	0	
12		6.1	4433	6.37917	-0.27917	
13		12.2	8638	12.43024	-0.23024	
14		18.3	12830	18.46261	-0.16261	
15		24.4	16936	24.37122	0.02878	6.25E+13
16		30.5	21093	30.35322	0.14678	6.75E+12
17		36.6	24985	35.95388	0.646119	8.66E+11
18		42.7	29303	42.16756	0.532437	1.36E+12
19		48.8	33463	48.15388	0.646119	1.16E+12
20		54.9	37116	53.41062	1.489384	3.68E+11
21	-----					
22	\Field:	table				

Значения столбца *depth* вычисляются: $depth = z - defl(real)$.

Microsoft Excel - result1.xls

Файл Правка Вид Вставка Формат Сервис Данные Окно

E12 =B12-D12

	A	B	C	D	E	F
1	MTM	TEXT	FILE		КАЛИБР	694.918
2	\Field:	table				
3	\Type:	Indentation	analysis			
4	\Name:	Indentation	analysis	-	Silicium	
5	\NumColor	5				
6	\NumRows	10				
7	\Data:					
8	-----					
9		Z, nm	Deflection, defl(real), nm	depth, nm	E, Pa	
10	-----					
11		0	0	0	0	
12		6.1	4433	6.37917	-0.27917	
13		12.2	8638	12.43024	-0.23024	
14		18.3	12830	18.46261	-0.16261	
15		24.4	16936	24.37122	0.02878	6.25E+13
16		30.5	21093	30.35322	0.14678	6.75E+12
17		36.6	24985	35.95388	0.646119	8.66E+11
18		42.7	29303	42.16756	0.532437	1.36E+12
19		48.8	33463	48.15388	0.646119	1.16E+12
20		54.9	37116	53.41062	1.489384	3.68E+11
21	-----					
22	\Field:	table				

23. Значения столбца *E* вычисляются:

$$E = \frac{3}{4} \cdot \frac{(1 - \nu^2) \cdot k \cdot defl(real)}{R^{1/2} \cdot depth^{3/2}}$$

где R – радиус острия зонда;
 k – жесткость консоли;
 ν – коэффициент Пуассона.

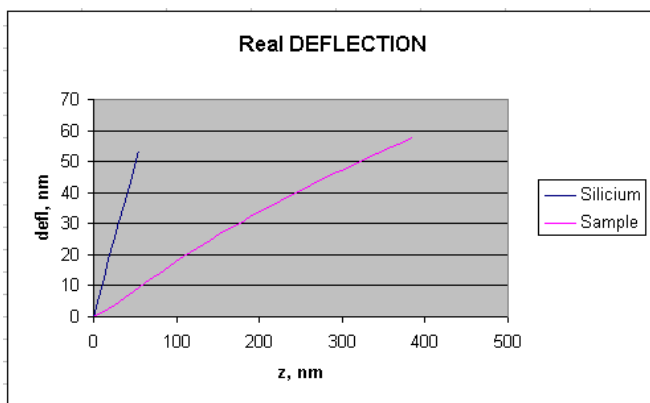
Microsoft Excel - result1.xls

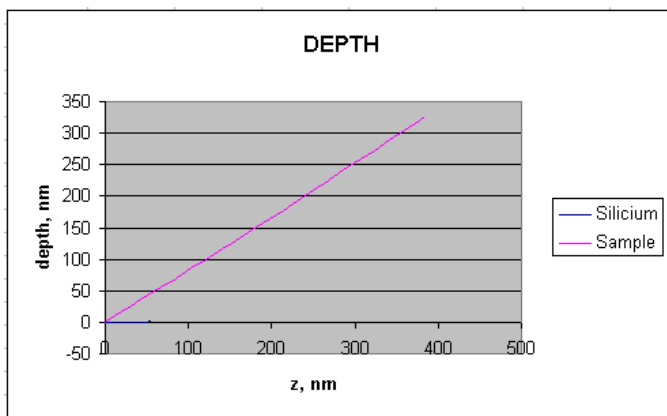
Файл Правка Вид Вставка Формат Сервис Данные Окно Справка

Ф15 $=3/4*(1-0.3^2)*123*D15*10^(-9)/((45*10^(-9))^0.5*(E15*10^(-9))^1.5)$

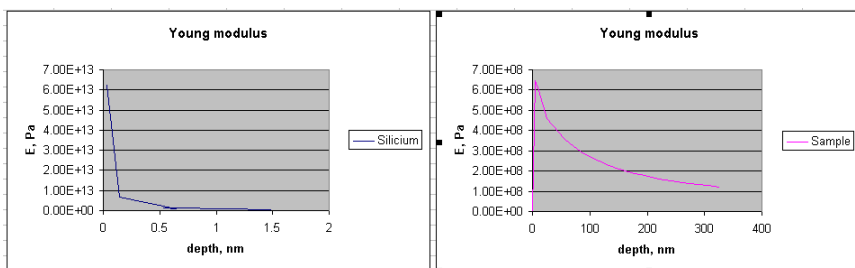
	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1	MTM	TEXT	FILE		КАЛИБР.	694.918			
2	\Field:	table							
3	\Type:	Indention	analysis						
4	\Name:	Indention	analysis	-	Silicium				
5	\NumColur	5							
6	\NumRows	10							
7	\Data:								
8	-----								
9		Z,nm	Deflection, defl(real),n	depth,nm	E,Pa				
10	-----								
11		0	0	0	0				
12		6.1	4433	6.37917	-0.27917				
13		12.2	8638	12.43024	-0.23024				
14		18.3	12830	18.46261	-0.16261				
15		24.4	16936	24.37122	0.02878	6.25E+13			
16		30.5	21093	30.35322	0.14678	6.75E+12			
17		36.6	24985	35.95388	0.646119	8.66E+11			
18		42.7	29303	42.16756	0.532437	1.36E+12			
19		48.8	33463	48.15388	0.646119	1.16E+12			
20		54.9	37116	53.41062	1.489384	3.68E+11			
21	-----								
22	\Field:	table							

24. Строятся для каждого образца графики defl(real) и depth в зависимости от Z, графики зависимости модуля упругости E от глубины внедрения depth.





Здесь видно, что глубина внедрения в кремний равна нулю.



27. Проводится анализ полученных графических зависимостей.

Примечание. Для вычисления жесткости консоли используют формулу:

$$k = E w t^3 / (4l^3),$$

где E – модуль Юнга материала зонда;

w – ширина консоли;

t – толщина консоли;

l – длина консоли.

Для CSC 38

$l = 300 \text{ мкм} = 3E-4 \text{ м}$

$$h = 1 \text{ mkm} = 1\text{E-6 m}$$

$$b = 35 \text{ mkm} = 35\text{E-6 m}$$

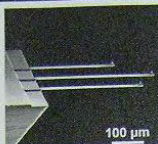
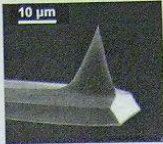
$$s = 15 \text{ mkm} = 15 \text{ E-6 m}$$

$$G = 5.3 \cdot \text{E}+10 \text{ Pa.}$$

Данные для расчета жесткости консоли

CANTILEVERS & GRATINGS

Silicon cantilevers CSC38/AIBS/50 Data sheet

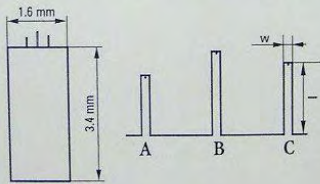



▲ SEM images of the silicon cantilever.

Probe Characteristics:

- radius of curvature less than 10 nm;
- tip height 15 .. 20 μm;
- full tip cone angle less than 30°;
- the reflective side of lever is coated with Al.

▼ Silicon chip of the SC 38 series includes 3 triangular cantilevers. The thickness of the chip is 0.4 mm



SPECIFICATIONS

Cantilever type	A			B			C		
	Min	Typical	Max	Min	Typical	Max	Min	Typical	Max
Cantilever length, $l \pm 5$, μm	250			350			300		
Cantilever width, $w \pm 3$, μm	35			35			35		
Cantilever thickness, μm	0.7	1.0	1.3	0.7	1.0	1.3	0.7	1.0	1.3
Resonant frequency, kHz	14	20	28	7	10	14	9.5	14	19
Force constant, N/m	0.02	0.08	0.2	0.01	0.03	0.08	0.01	0.05	0.1

NSG20 series



Cantilever specification

Cantilever length, $L \pm 5 \mu\text{m}$	Cantilever width, $W \pm 3 \mu\text{m}$	Cantilever thickness, μm			Resonant frequency, kHz			Force constant, N/m		
		min	typical	max	min	typical	max	min	typical	max
90	60	1.7	2.0	2.3	260	420	630	28	48	91

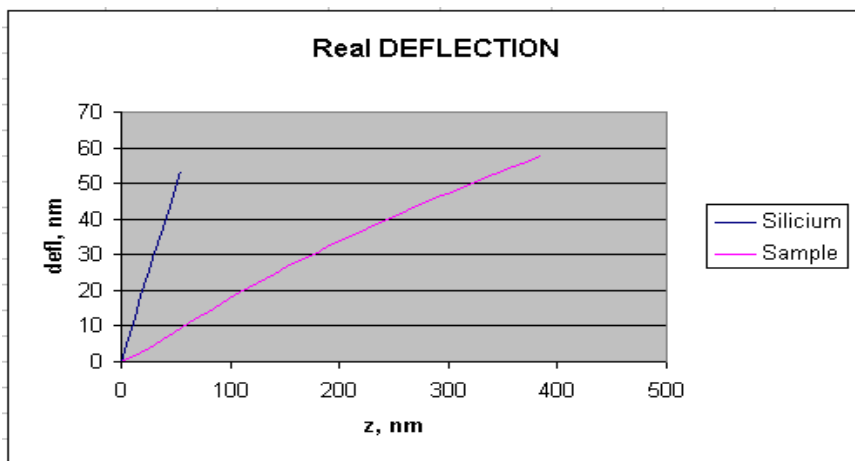


Рис. 7.5. График defl(real) в зависимости от z

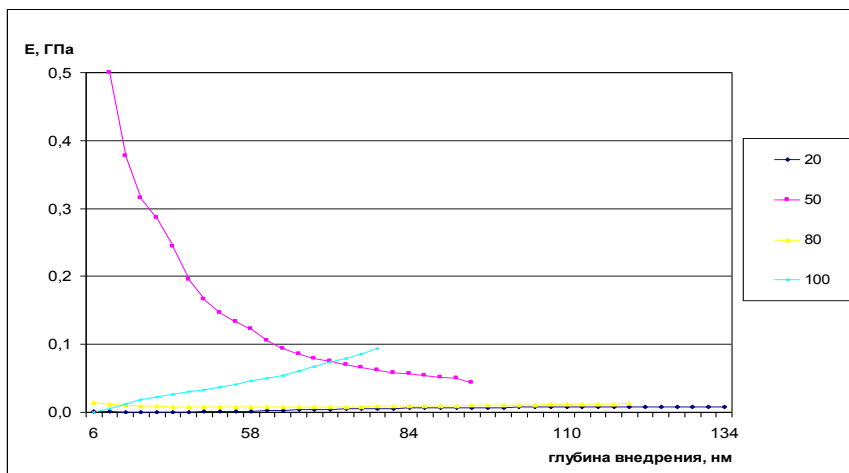


Рис. 7.6. Зависимость модуля упругости от глубины внедрения зонда для пленок ПВХ, полученных при поверхностном давлении 20 мН/м при различной температуре нагревания

Содержание отчета

1. Отчет содержит цель работы, краткое изложение материала теоретической части с указанием основных этапов получения экспериментальных данных в программе «Surface Scan», «Surface Explorer» и принципов калибровки данных.

2. Результаты выполнения работы представляют собой рисунок с подрисуночной подписью, на котором представлены графики "Defl(real) в зависимости от z » и «Модуль упругости – глубина внедрения» полученные в результате выполнения практической части, вывод о значении локального модуля упругости поверхностного слоя в ГПа. В подрисуночной подписи и выводе следует указывать название материала, для которого был определен локальный модуль упругости.

Контрольные вопросы

1. На чем основана возможность определять локальный модуль упругости (локальную жесткость) материала методом АСМ?

2. На чем основана возможность определять силы адгезии на поверхности материала методом АСМ?
3. Что представляют собой кривые «подвода – отвода»?
4. Для каких условий применима теория Герца при расчете локального модуля упругости?
5. Почему для определения локального модуля упругости методом АСМ важна жесткость консоли зонда?
6. Опишите процедуру получения кривых «подвода – отвода».
7. Опишите процедуру обработки данных кривых «подвода – отвода» для определения локального модуля упругости в программе «Surface Explorer».

Литература

1. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В.Л. Миронов. – Нижний Новгород: РАН Институт физики микро-структур, 2004. – 110 с.
2. Головин, Ю.И. Введение в нанотехнику / Ю.И. Головин. – М.: Машиностроение, 2007. – 496 с.

Учебное издание

ТЕХНИКА НАНОКОНТРОЛЯ

Лабораторный практикум

В 2 частях

Часть 2

Составители:

ЧИЖИК Сергей Антонович

КУЗНЕЦОВА Татьяна Анатольевна

Технический редактор О.В. Песенько

Компьютерная верстка Д.А. Исаева

Подписано в печать 20.01.2011.

Формат 60×84 ¹/₁₆. Бумага офсетная.

Отпечатано на ризографе. Гарнитура Таймс.

Усл. печ. л. 3,78. Уч.-изд. л. 2,95. Тираж 100. Заказ 1192.

Издатель и полиграфическое исполнение:

Белорусский национальный технический университет.

ЛИ № 02330/0494349 от 16.03.2009.

Проспект Независимости, 65. 220013, Минск.