

表面轮廓测定用扫描探针测头研究*

黄强先

(合肥工业大学仪器仪表学院 合肥 230009)

高桥健 初泽毅

(东京工业大学精密工学研究所 横滨 226-8503)

摘要：利用压电聚偏氟乙烯(PVDF, Polyvinylidene fluoride)薄膜和压电微音叉(Micro-fork)，分别与钨探针结合，构成了三种新型的表面轮廓扫描测头。该新型测头与 x - y 压电工作台结合，采用与 TM-AFM (Tapping mode atomic force microscope) 相同的工作原理，构成了扫描探针显微镜。分别介绍了这些测头的构成及特点，给出了所构成测量系统所获得的试验结果，证明了这几种新型扫描测头的有效性。

关键词：聚偏氟乙烯 微音叉 扫描探针 测头 扫描探针显微镜

中图分类号：TH71 TH89

0 前言

近几年来，微半导体器件及微机电器件的结构不断微型化和高精度化。为了能准确评价其表面形状，同时使检测过程中减小对表面的破坏，要求表面测量仪器既要具有高的分辨力，又要具有小的测量力。特别是对一些软材料的测量，如 DNA、蛋白质等的表面测量，对测力的要求尤为严格。

到目前为止，可用于表面形貌精密测量的高精度测量仪器主要有触针式表面轮廓仪、光学式表面轮廓仪及以原子力显微镜 (AFM) 和扫描隧道显微镜 (STM) 为代表的扫描探针显微镜 (SPM) 等。这些仪器在测量灵敏度、测量范围、测力及测量材料要求等方面各有不同。

触针式表面轮廓仪是一种广泛应用于机械表面测量、简单且可靠的精密测量仪器，其测量范围可长达数十毫米。然而，它的垂直分辨率很难达到 10 nm，且在测量过程中触针与表面连续接触，测力一般在数毫牛以上，易给表面造成划伤，不适合于软材料及具有陡峭微观结构的表面测量。共焦点显微镜光学系统的光学式表面轮廓仪虽然具有非接触测量的优点，但其最高垂直分辨率也只能达到 10 nm 的水平，且由于受聚焦光斑直径的限制，所获得的高度是光斑在亚微米范围内的平均高度值。由 G. Binnig 等^[1]于 1982 年提出的扫描隧道显微镜

(STM) 尽管具有亚纳米的垂直分辨率和非接触测量的优点，但由于测量电流受被测材料导电性的影响很大，不能直接应用于绝缘材料和表面易氧化的材料；随后于 1985 年提出的原子力显微镜 (AFM)^[2] 虽然适合于各种材料的测量，且具有亚纳米级的垂直分辨率和纳牛级的测量力，但对使用环境要求严格，且其测量悬臂的控制需要采用光杠杆法或光干涉法等附加位置检测系统来实现。为了克服其不便，有研究人员提出悬臂表面敷有压电陶瓷涂层的特殊悬臂^[3]，但制作工艺不便，甚至还有学者提出以石英晶体谐振音叉为悬臂的扫描探针显微镜^[4,5]。

鉴于上述各种测量方法的不足，分别以压电共振微音叉 (Micro-fork)^[6]、PVDF 压电薄膜为测量悬臂^[7,8]，以电化学研磨法获得的钨针^[9]为扫描探针构成了新型的 TM 模式表面扫描测头，其工作原理与 TM 模式 AFM 相同。工作时，因悬臂和探针处于近谐振状态，探针与被测表面瞬间接触，减小了探针对被测表面的横向划伤并能够测量大长径比微观凹凸表面，同时测头结构简单、具有触针式轮廓仪的可靠性。

首先介绍几种新型测头的构成和特性，并利用 Hertz 弹性理论，分析了探针的测力，最后给出所设计的测量系统和所获得的试验结果。

1 工作原理及构成、特性

在新型扫描探针测头中，分别以单 PVDF 压电薄膜、双 PVDF 压电薄膜和压电共振微音叉等代替

* 安徽省现代测试与质量控制重点实验室资助项目。20041024 收到初稿，20050310 收到修改稿

TM 模式 AFM 中的硅材料悬臂而构成了新型的扫描探针测头,测头的基本构成如图 1 所示。悬臂为上述器件,探针固定在悬臂的下方。悬臂在压电励振器的驱动和控制下处于近共振状态,振幅同时由压电传感器获取。当探针接触到试样表面时,通过控制悬臂的上下移动使传感器的输出保持恒定,这样就可实现对试样表面的扫描。

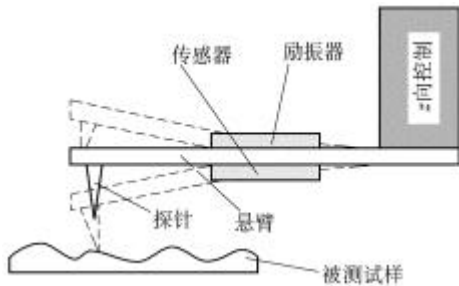


图 1 测头构成及工作原理图

下面分别介绍这些测头的结构和特性。

1.1 单 PVDF 悬臂扫描测头

高分子 PVDF 压电薄膜具有非常高的机械压电常数 ($g_{31} \sim 216 \text{ V}\cdot\text{m}/\text{N}$)、密度低 ($\rho = 1.78 \times 10^3 \text{ kg}/\text{m}^3$)、柔软等特点,与励振 PZT、钨探针构成了如图 2 所示的扫描探针测头:PVDF 压电薄膜的左右两段与励振 PZT 的两端固定在一起,探针固定在 PVDF 薄膜的正下方。该测头中,PVDF 既是悬臂,又是压电传感器。励振 PZT 长为 10 mm,PVDF 悬壁厚为 40 μm 、宽约为 2 mm、长为 12~13 mm。在该测头中,励振 PZT 在驱动电压的驱动下沿 x 方向振动,从而驱动 PVDF 悬臂和探针沿垂直方向振动,振幅大小由 PVDF 压电传感器拾取。此处,PVDF 同时起到图 1 中悬臂和传感器的作用。图 2 中励振 PZT 的作用相当于图 1 中的励振器。

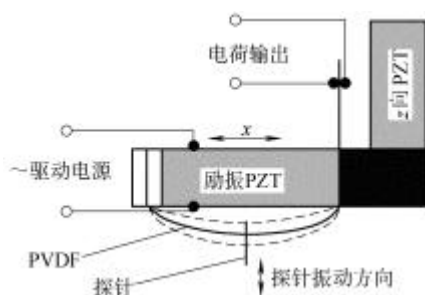


图 2 单 PVDF 悬臂扫描测头结构示意图

经测定,单 PVDF 悬臂的共振频率在 800 ~ 1 100 Hz,品质因数约为 40。测头对机械阶跃信号的响应稳定时间为 60 ms ~ 70 ms。构成的控制系统灵敏度约为 2V/ μm ,空间垂直分辨率可达到 1.6 nm。工作时,悬臂的振幅约为 150 nm ~ 200 nm。

单 PVDF 测头除具有上述特点外,因 PVDF 非

常柔软,对环境的空气振动非常敏感。另外,由于 PVDF 压电材料的热电性,扫描测头对环境温度的变化也比较敏感。

1.2 双 PVDF 悬臂扫描测头

双 PVDF 测头的构成如图 3 所示。双 PVDF 悬臂由两枚厚度为 40 μm 的 PVDF 薄膜经绝缘粘接剂粘接而成,其两端分别与悬臂架左右支点刚性联接。悬臂架支点间距离为 20 mm,支点间的 PVDF 稍长于 20 mm,形成如图 3 所示的弧形,有利于探针扫描试样表面,悬臂宽约为 5 mm。在双 PVDF 悬臂中,一层 PVDF 施加有交流电压,驱动悬臂沿垂直方向振动,同时,另一层 PVDF 作为压电传感器,将悬臂的机械振幅信号转换为相应的电信号,用于检测悬臂的振幅并控制测头的垂直位移。工作时,调整驱动电压频率,使悬臂处于近谐振状态。

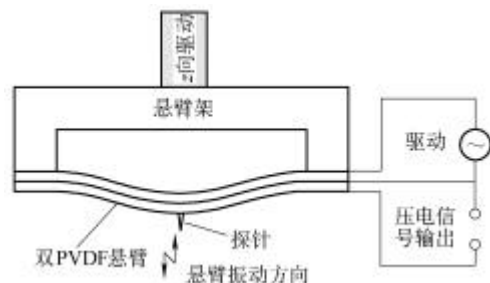


图 3 双 PVDF 悬臂扫描测头结构示意图

在该双 PVDF 悬臂扫描测头中,悬臂的谐振频率在 2.9 kHz 左右,其大小除受悬臂的长度、宽度、厚度、探针质量的影响外,还与悬臂的曲率有关。振动的品质因数约为 100,稍高于单 PVDF 测头。测头对机械阶跃信号的响应稳定时间约为 30 ms,扫描速度高于单 PVDF 测头。在该测头的悬臂振幅检测和控制系统中,测头的灵敏度和噪声峰峰值分别为 17 mV/ μm 和 0.1 mV,可获得 5.9 nm 垂直空间分辨率。

同单 PVDF 悬臂扫描测头相比,双 PVDF 悬臂扫描测头的垂直空间分辨率降低,这可能与将两枚 PVDF 粘接在一起的粘接剂有关。另外,该测头同样易受环境温度、振动、空气流动等因素的影响。

1.3 压电共振微音叉悬臂扫描测头

图 4 是压电共振微音叉外观及结构尺寸示意图。音叉部分的材料为 FeNiCr 合金(55%:36%:9%),两音叉的根部外侧各贴有长、宽、厚分别为 4.0 mm \times 1.5 mm \times 0.1 mm 的压电陶瓷。两枚 PZT 中的一枚用于激励音叉处于近共振状态,另一枚利用 PZT 的压电效应,作为振幅检测用传感器。两压电陶瓷分别相当于图 1 中的励振器和传感器。

通过试验测试,音叉悬臂的共振频率在 3 kHz 附近,其品质因数约为 1 000。扫描测头对机械阶跃信

号的响应稳定时间为 80 ms，大于前面的两种扫描测头，因此，测头的扫描速度较低。测头的灵敏度为 0.5 V/μm，其垂直空间分辨率约为 6 nm，与双 PVDF 悬臂扫描测头的分辨率相当。

同 PVDF 测头相比，由于音叉悬臂的尺寸和质量较大，因此其弹性常数大，导致的测力也较大。

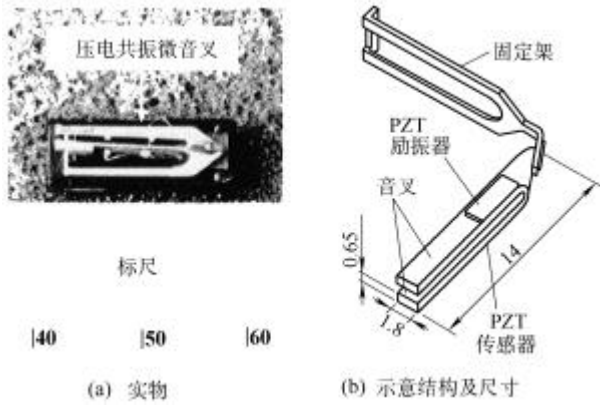


图 4 压电共振微音叉及其结构尺寸

2 探针制备及其测力分析

在扫描探针显微镜中，探针的顶端半径、形状、刚度及有效长度是影响探针横向分辨率、寿命及测量大台阶表面能力的主要原因。在上述测头中，探针是纯钨丝经电化学研磨制备的^[9,10]。所获得的钨探针具有尖端曲率半径小、顶端有效部分长、耐磨等优点。根据制备方法的不同，探针尖端的曲率半径一般在 20 nm ~ 50 nm。另外，根据使用要求不同，钨丝的直径在 30 μm ~ 100 μm。钨探针用环氧树脂粘接剂固定在上述悬臂的相应位置，图 5 是所制备的探针及固定有钨探针的悬臂。

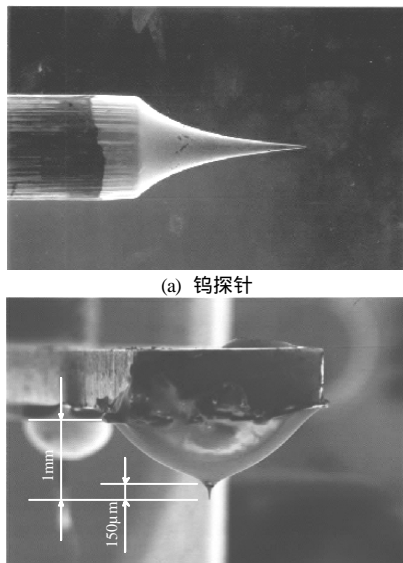


图 5 钨探针及其固定

在原子力显微镜的测力分析中，探针顶端被认为单原子，其与试样间的测力简化为双原子模型间的作用力。实际上，探针顶端的曲率半径一般在数纳米到数十纳米，且其顶端并不是绝对光滑，而是由数千原子团构成的，并形成多测头现象^[11]。在 TM 模式 SPM 中，探针顶端并不是顶端的单原子与试样接触，而是顶端的原子团与试样材料相互挤压并产生弹性变形，近似形成图 6 所示的弹性接触。

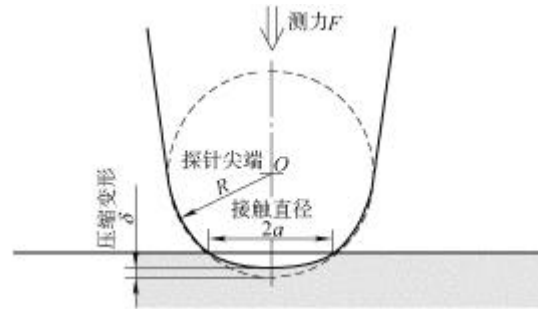


图 6 探针接触试样时的弹性变形示意图

图 6 所示的探针与试样表面接触可以简化为球面与平面的挤压受力问题。如变形为弹性，根据 Hertz 弹性理论，接触圆半径 a 、弹性变形量 d 为

$$a = \left[\frac{3}{4} r F \left(\frac{1 - m_p^2}{E_p} + \frac{1 - m_s^2}{E_s} \right) \right]^{\frac{1}{3}} \quad (1)$$

$$d = \left(\frac{9 F^2}{16 r} \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{1 - m_p^2}{E_p} + \frac{1 - m_s^2}{E_s} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (2)$$

式中 r —— 探针顶端的曲率半径

F —— 测力

m_p —— 探针材料的泊松比

E_p —— 探针材料的弹性模量

m_s —— 试样材料的泊松比

E_s —— 试样材料的弹性模量

若探针接触面内单位面积的原子个数为 N ，则探针顶端原子的平均受力为

$$F_a = \frac{F}{\pi a^2 N} \quad (3)$$

根据式 (3) 和探针尖端半径、探针材料性质、测力 (由悬臂变形、弹性常数估计) 和材料性质等参数就可估探针尖端的原子受力。例如，若上述钨探针 ($E_p=411$ GPa, $m_p=0.28$) 以 $1 \mu\text{N}$ 测力测量硅晶体 (111 面) ($E_s=190$ GPa, $m_s=0.46$, $N=7.92 \times 10^{18}$ 个/ m^2) 器件，探针尖端曲率为 50 nm，则探针顶端单个原子的平均受力和探针的压缩量分别为 1.0 nN、0.77 nm。原子的平均受力与单原子不发生滑移的极限值 1 nN 相当。反之，根据测力的大小和原子

不产生滑移的极限也可判断测头的适用材料范围。

对于扫描探针显微镜,悬臂的弹性常数是一重要参数。利用SPM悬臂弹性常数的动态测量法^[12],上述单PVDF悬臂的弹性常数约为180 N/m,接近于TM模式AFM的常用硅材料悬臂;因双PVDF悬臂较厚,其弹性常数约是同尺寸单PVDF悬臂的8倍;压电微共振音叉因尺寸和材料的弹性模量较大,其弹性常数约为 $20 \text{ kN}\cdot\text{m}^{-1}$ 。

3 测量系统构成及测量结果分析

采用前面所介绍的测头和图7所示的控制系统分别构成了扫描探针显微镜系统。系统的工作原理与振幅调制TM-AFM的工作原理完全相同:悬臂在励振电路和励振器激励下处于近共振状态,当探针接触到试样并沿 x - y 向扫描试样表面时,通过 z 向PZT控制探针的垂直运动,使探针的振幅保持为设定值(即保持测力恒定),那么,根据探针的垂直位移和工作台的 x 、 y 向位移就可重构出试样表面微观形貌。

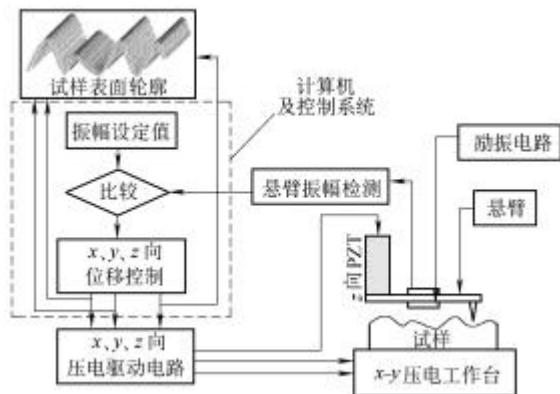
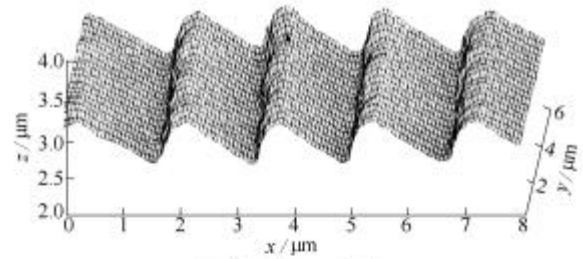


图7 测量系统构成

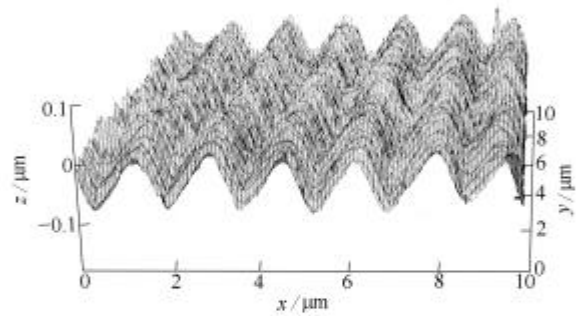
图8a、8b、8c分别是用上述三种测头扫描栅距为 $1.67 \mu\text{m}$ 的光栅所获得的表面微观轮廓(光栅基体材料为环氧树脂,其表面镀铝金属反射膜),光栅的公称栅高分别为(a) $0.46 \mu\text{m}$; (b) $0.19 \mu\text{m}$; (c) $0.46 \mu\text{m}$ 。根据测量结果,上述测头除实现了非破坏测量外,还具有较高的垂直分辨率,能够实现亚微米的微观表面测量。

在半导体器件的化学腐蚀加工中,光刻胶(Resist)形成的阻断层质量直接影响了半导体器件的加工质量。然而,固化后的光刻胶阻断层非常柔软,其形状无法用普通的轮廓仪测量。在上述三种测头中,因单PVDF悬臂柔软,用它扫描了OFPR-800光刻胶经紫外线照射后形成的阻断层,图9是获得的阻断层部分栅线的三维图像。扫描结果显示,单PVDF测头对软材料的扫描效果良好,适合于软材料的

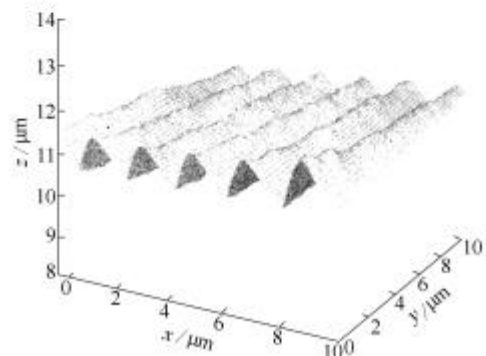
测量。



(a) 使用单PVDF测头



(b) 使用双PVDF测头



(c) 使用压电微共振音叉测头

图8 不同扫描测头扫描下获得的光栅表面轮廓

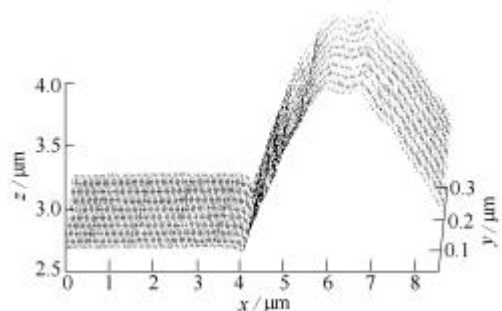


图9 OFPR-800光刻胶阻断层三维图像

4 结论

给出了几种新型扫描探针测头,并比较了这些测头的构成和特点,通过试验证明了这几种测头的实用性。同传统的接触式轮廓仪相比,这几种测头的分辨率高,对试样的破坏小;同AFM相比,其结构简单,探针的有效部分长,使用条件要求低,

适合于大台阶微观轮廓的测量。在垂直分辨率方面，填补了传统表面轮廓扫描装置和 AFM、STM 间的空白，适合于微器件的非破坏测量。特别是单 PVDF 构成的扫描探针显微镜系统，测力小，适合于软材料的测量。

介绍了该项研究的初步研究成果，今后对上述测头结构参数的优化还会作进一步的研究，在降低测头测力的同时进一步提高测头的垂直分辨率。

参 考 文 献

- 1 Binnig G, Rohrer H, Gerber C, et al. Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 1982, 49(1) : 57 ~ 61
- 2 Binnig G, Quate C F. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 1986, 56(9) : 930 ~ 933
- 3 Kim Y S, Nam H J, Cho H M, et al. PZT cantilever array integrated with piezoresistor sensor for high speed parallel operation of AFM. *Sensors & Actuators A*, 2003, 103 : 122 ~ 129
- 4 Giessibl F J. High-speed force sensor for force microscopy and profilometry utilizing a quartz tuning fork. *Appl. Phys. Lett.*, 1998, 73(26) : 3956 ~ 3958
- 5 初澤毅, 入江礼子, 小池関也. 時計用水晶振動子による表面形状測定用タッピングスタイラス. 計測自動制御学会論文集, 1998, 34(7) : 714 ~ 718
- 6 高橋健, 初澤毅. マイクロフォークを用いたタッピングスタイラス. 精密工学誌, 1999, 65(12) : 1751 ~ 1755
- 7 Hatsuzawa T, Ayabe K, Takeshi K, et al. A tapping stylus for surface topographical measurement using a PVDF bimorph. *The Journal of the Society of Instrument and Control Engineers of Japan*, 1999, 35(9) : 1141 ~ 1145
- 8 Huang Q X, Hatsuzawa T. Surface topographic measurement using piezo-PVDF film stylus. *The Journal of the Institute of Electrical Engineers of Japan C*, 2003, 123C(3) : 505 ~ 510
- 9 黄强先, 高桥健, 初泽毅. 基于电化学研磨的 SPM 钨探针制备方法研究. *仪器仪表学报*, 2005, 26(3) : 272 ~ 278
- 10 Takahashi K, Hayase M, Hatsuzawa T. Improvement of production reproducibility of tungsten probe using electropolishing. *The Journal of the Institute of Electrical Engineers of Japan E*, 2000, 120E(4) : 156 ~ 161
- 11 Bai C. *Scanning tunneling microscopy and its application*. Springer, 1992
- 12 Torii A, Sasaki M, Hane K, et al. A method for determining the spring constant of cantilevers for atomic force microscopy. *Meas. Sci. Technol.*, 1996, 7 : 179 ~ 184

STUDY ON SCANNING PROBE STYLUSES FOR SURFACE PROFILE MEASUREMENT

Huang Qiangxian

*(College of Instrumentation, Hefei University of
Technology, Hefei 230009)*

*Takahashi Ken Hatsuzawa Takeshi
(Precision and Intelligence Laboratory, Tokyo
Institute of Technology, Yokohama 226-8503)*

Abstract : Using piezo-electrical PVDF (Polyvinilidene fluoride) and micro-fork, and combining with tungsten probes respectively, three kinds of surface scanning probe styluses were developed. Cooperating with *x-y* piezo-electrical driving stage, these new styluses constitute scanning probe microscopes based on the same operating mechanism of the tapping mode AFM. The schematic structures and characteristics of these styluses were introduced, and then the measurement results obtained by the developed system were given. The results proved the effectiveness of the new scanning styluses.

Key words : PVDF Micro-fork Scanning probe
Stylus SPM

作者简介：黄强先，男，1968 年出生，博士，副教授。2000 年 10 月至 2002 年 9 月于日本东京工业大学精密工学研究所从事博士后研究。主要从事表面形状精密测量、零件热变形理论、仪器精度理论等领域的研究。
E-mail : wlifen@mail.hf.ah.cn