

可循迹纳米台阶标准样版的制备与表征

曲金成^{1,2}, 雷李华^{1,2}, 李锁印³, 蔡潇雨², 魏佳斯²,
赵 军¹, 韩志国³, 李 源²

(1. 中国计量大学, 杭州 310018; 2. 上海市计量测试技术研究院, 上海 201203;
3. 中国电子科技集团公司 第十三研究所, 石家庄 050051)

摘要: 介绍了纳米几何量值传递中纳米标准样版的计量与溯源特性。分析了微纳米测量仪器在纳米标准样版几何参量校准中对标准样版循迹结构的具体需求。设计了标准值为 60 nm, 具有可循迹结构的纳米台阶标准样版。为了实现高精度、溯源性表征, 基于计量型纳米测量仪 (NMM), 结合多种定位测量方法, 对加工的纳米台阶标准样版进行测量与评价, 并对其开展区域均匀性和长时间稳定性实验。实验结果表明, 制备的台阶标准样版高度值与设计值基本一致, 设计的循迹结构能有效地协助电荷耦合器件 (CCD) 实现快速循迹与定位, 且采用溅射镀膜工艺优化了标准样版表面结构的特性, 使多种定位测量方法的测量重复性标准偏差均小于 1 nm。

关键词: 量值传递; 刻蚀工艺; 标准样版; 纳米测量仪 (NMM); 溅射镀膜工艺

中图分类号: TN307; TB921 **文献标识码:** A **文章编号:** 1671-4776 (2017) 12-0840-07

Preparation and Characterization of Tracking Nano Step Standard Templates

Qu Jincheng^{1,2}, Lei Lihua^{1,2}, Li Suoyin³, Cai Xiaoyu², Wei Jiasi²,
Zhao Jun¹, Han Zhiguo³, Li Yuan²

(1. China Jiliang University, Hangzhou 310018, China; 2. Shanghai Institute of Measurement and Testing Technology, Shanghai 201203, China; 3. The 13th Research Institute, CETC, Shijiazhuang 050051, China)

Abstract: The metrological and traceability characteristics of nano standard templates in nano geometric value transfer were introduced. In the geometric parameter calibration of nano standard templates, the specific requirements of the micro and nano measurement instrument on the standard template tracking structure were analyzed. A nano step standard template with a standard value of 60 nm and tracking structures was designed. In order to achieve high precision and traceability characterization, based on the metrological nano measuring machine (NMM), combined with a variety of positioning and measuring methods, the processed nano step standard template were measured and evaluated, and the regional uniformity and long-term stability experiments were carried out. The experimental results show that the height value of the

收稿日期: 2017-07-18

基金项目: 国家重大仪器专项资助项目 (2014YQ090709)

通信作者: 李 源, E-mail: liyuan@simt.com.cn

prepared nano step standard template is basically the same as the design value. The designed tracking structure can effectively assist the charge-coupled device (CCD) to achieve rapid tracking and positioning. And the surface structure characteristics of the standard template were optimized by the sputtering coating process, the measuring repeatability standard deviation of the various positioning and measuring methods are less than 1 nm.

Key words: value transfer; etching process; standard template; nano measuring machine (NMM); sputtering coating process

DOI: 10.13250/j.cnki.wndz.2017.12.008 **EEACC:** 7100

0 引言

随着精密工程和纳米技术的发展,越来越多的纳米技术从研究阶段转入了工业生产和应用,对纳米结构的定量和高精度测量提出了更高的要求^[1]。由于光学显微镜的局限性,扫描电子显微镜(SEM)和扫描探针显微镜(SPM)被更多地应用在纳米计量领域^[2]。为了实现高精度溯源性表征,作为传递标准的纳米标准样版在纳米几何量计量和量值溯源体系中的地位尤为重要。常规的仪器校准工作中需要通过量值准确、可溯源的纳米标准样版对显微镜进行校准^[3],才能保障微纳米测量仪器测量结果的精度与量值的准确。

在纳米计量中,测量结果受到测量仪器本身、环境、方法等诸多因素的影响,使用不同的测量仪器测量同一样品,或在不同的环境下用同一测量仪器测量同一样品,结果都是迥然不同的。为了使测量值或测量标准值与国际或国家规定的计量标准有可比性,纳米标准样版需要进行同种量值标准物质可溯,使测量结果具有准确性、可比性、可靠性及可重复性。国际上已有多个国家计量研究院及半导体公司完成了多种标准样版的制备和标定,中国科学院物理所、国家纳米中心、中国科学院微电子所及计量院等单位联合研制的“扫描探针显微镜和扫描电子显微镜用一维纳米栅格标准物质”已由国家质量监督检验检疫总局批准定级为国家一级标准物质,同时还研发了纳米台阶标准样版^[4]。但在对众多的纳米标准样版使用过程中发现,纳米标准样版的有效几何尺寸结构难以定位,导致寻找与定位有效几何尺寸结构时间长,且同一位置的重复性测量难以实现。所以,为了提高纳米几何量值传递的准确性、实现更加便捷与快速的定位、提高测量效

率,研制适用性强、几何尺寸准确性高、特征结构明显的纳米标准样版是纳米计量技术发展中的重要组成部分。

为了实现纳米几何量计量高精度、快速的校准,本文设计并制备了标准值为 60 nm 的纳米可循迹结构台阶标准样版,可大幅提高校准效率,并使用计量型纳米测量仪(NMM)对纳米台阶标准样版进行了有效几何尺寸结构可溯性校准与验证。

1 纳米台阶标准样版的制备

1.1 纳米台阶标准样版的设计

纳米台阶标准样版是对原子力显微镜、三维白光干涉仪及激光扫描差动共焦显微镜等高精度测量仪器 z 轴进行有效校准的传递标准物质。为了能够在高精密测量仪器的定位测头或超精密平台移动时,从实时观察电荷耦合器件(CCD)中查看原子力探针、激光与白光干涉条纹所处纳米台阶标准样版的初始位置。本文在标准样版上设计了一种可视性的循迹结构,在检测过程中可实现高精密测量仪器快速地移至纳米台阶标准样版的最佳初始测量位置,达到高精密测量仪器快速聚焦、定位和校准整个过程。

本文设计的纳米台阶标准样版主要包括循迹结构图形与有效几何尺寸结构图形。将纳米标准样版分为 A 和 B 两个区域,其整体结构如图 1 所示。其中 A 区域内表面为两对相互对称的等腰三角形形状的预循迹标识(包含设计单位标识和样版型号标识),A 区域的预循迹标识能够确定纳米台阶标准样版在超精密平台上的摆放方向与具体位置,当测量仪器(如 SPM, SEM 和 NMM 等)的镜头聚焦于此区域内时,通过观察到的循迹结构可以快速定位到 B 区域,A 区域内的预循迹标识图形可以

起到良好的预定位作用。本设计中 B 区域中央的有效几何尺寸结构为一个纳米级台阶标准结构图形,其周围还设置了精确定位循迹结构图形,称之为 B 区域内循迹结构,包括由 4 个表面为正方形的纵向定位块及 4 个由等边三角形、等腰三角形和矩形拼接而成的横向定位块。纳米台阶标准样版的 B 区域如图 2 所示,纵向定位块和横向定位块的作用是在微纳米测量仪器的 CCD 中进一步对有效几何尺寸结构进行快速而准确的循迹及定位,并通过左右两对横向定位块间的间隙确定测量的初始位置,完成校准工作。

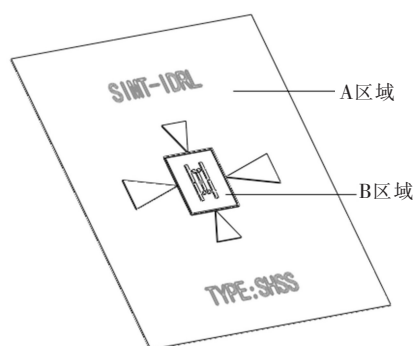


图 1 纳米台阶标准样版的整体结构

Fig. 1 Integral structure of the nano step standard template

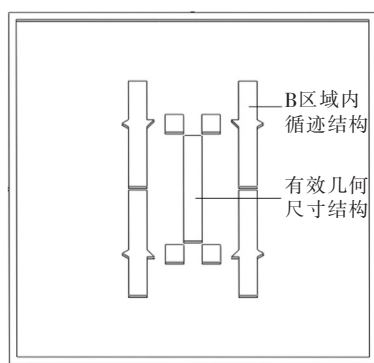


图 2 纳米台阶标准样版的 B 区域

Fig. 2 B area of the nano step standard template

1.2 纳米台阶标准样版的制备工艺

为了满足纳米标准样版几何计量尺寸的准确性和稳定性等要求,需要对加工工艺流程、方式和过程参量进行有效选取与控制。由于半导体工艺中干法刻蚀工艺技术十分成熟且刻蚀精度高,易于台阶高度控制,有利于在纳米标准样版加工过程中制备高精度的循迹结构和有效几何尺寸结构,因此,本

文选择反应离子刻蚀工艺技术制备纳米台阶标准样版。设计的纳米台阶标准样版加工流程图如图 3 所示。

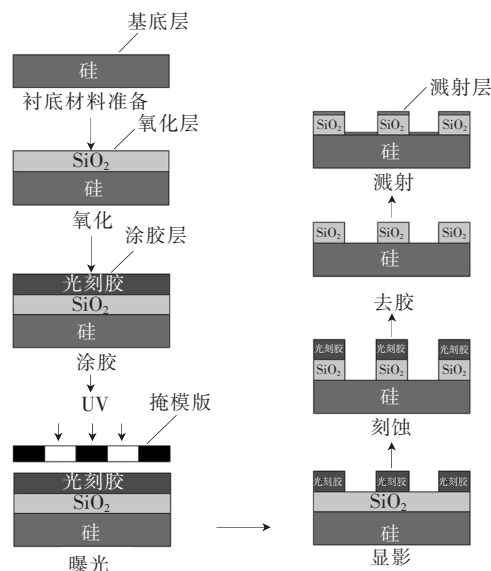


图 3 纳米台阶标准样版制作工艺流程图

Fig. 3 Production process flow chart of the nano step standard template

纳米标准样版的具体加工流程如下所述。

第一步,衬底材料准备。工艺采用化学机械抛光 (chemical mechanical polishing, CMP) 技术。在该技术的研磨抛光过程中,基片表面兼备研磨性物质的机械式研磨与酸碱溶液的化学式研磨两种作用,将通过 CMP 工艺形成的双面抛光的硅晶圆片作为衬底材料备用。研磨后基片需要通过清洗工艺去除表面颗粒及重金属粒子^[5]。首先使用组分为去离子水、体积分数为 30% 的过氧化氢和体积分数为 25% 的氨水的体积比为 14:3:1 的混合溶液对硅片进行清洗;然后去离子水冲洗 15 min;再使用组分为去离子水、体积分数为 30% 的过氧化氢和体积分数为 36% 的盐酸的体积比为 7:1:1 的混合溶液对硅片进行清洗;接着去离子水冲洗 15 min;烘干备用。

第二步,氧化。在设定的条件下使硅片进行氧化生长二氧化硅膜,温度设定为 1 000~1 100 ℃。硅片上生长的二氧化硅膜是纳米标准样版上刻蚀几何尺寸结构的基础物质。

第三步,涂胶。在硅片表面需使用高速转机旋

涂一层厚度约为 $2\ \mu\text{m}$ 的对紫外线敏感的光敏材料薄层，此光敏材料称作光致抗蚀剂，也称之为光刻胶。本实验采用的光刻胶为 AZ 系列正性光刻胶，在 $120\ ^\circ\text{C}$ 下烘烤 $10\ \text{min}$ ，目的是去除光刻胶中的溶剂，提高光刻胶的黏附力。

第四步，曝光。采用接触式曝光机曝光，设定曝光剂量为 $80\ \text{mJ}$ 。曝光用的掩模版为正版，即有效结构图形区域为非透光区，图 4 为使用集成电路设计软件的 L-Edit 图形编辑器绘制的标准样品版图数据并通过掩模制造设备制备好的掩模版照片。曝光的目的是使曝光区的感光剂吸收光照能量从而导致其化学结构发生变化，感光材料中的高分子链发生断裂，使其容易被显影液溶解。



图 4 台阶标准样块掩模版

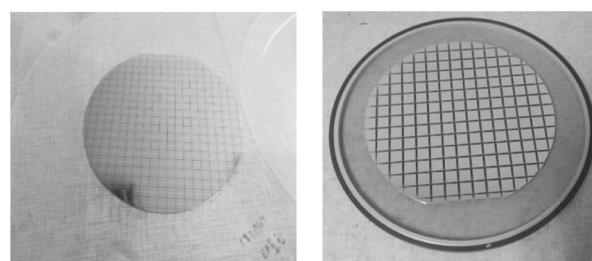
Fig. 4 Step standard template mask

第五步，显影。AZ 系列正性光刻胶的显影液为碱性溶液，通常采用体积分数为 $5\%\sim 7\%$ 的 NaOH 水溶液进行显影。工艺中采用单片式显影槽，显影 $15\ \text{s}$ 左右，使曝光区内的光刻胶溶解干净。显影完毕后采用去离子水冲洗 $30\ \text{s}$ ，然后采用氮气吹干或在 $120\ ^\circ\text{C}$ 下烘烤 $10\ \text{min}$ 。坚膜烘烤的目的是增加非曝光区光刻胶对衬底的黏附力，提高即将进行刻蚀工艺处理中光刻胶的抗腐蚀能力。

第六步，刻蚀。是样品制备过程中关键步骤。刻蚀工艺是用化学或者物理的方法有选择地从晶片表面去除不需要的材料的过程。本文采用反应离子刻蚀机刻蚀二氧化硅膜。反应离子刻蚀机的原理是当在平板电极之间施加高频电压时会产生数百微米厚的离子层，在其中放入试样，离子高速撞击试样从而完成化学反应刻蚀。它是由物理性的离子轰击和化学反应相结合实现的刻蚀，其特点是各向异性好、选择比高、重复性好。

第七步，去胶。采用正胶去胶液，加热到 $60\ ^\circ\text{C}$ ，将圆片放入浸泡 $10\ \text{min}$ ，去离子水冲洗，然后氮气吹干或烘干，用以去除附着在纳米标准样版循迹结构与有效几何尺寸结构表面的光刻胶，保证标准样版表面的特征结构整洁，以利于后续溅射工艺进行。为彻底清除样品表面的残留光刻胶，通常还采用等离子去胶机，进一步进行样品表面处理。

第八步，溅射。由于上述工艺后生产的二氧化硅结构图形的基底为硅晶片表面，硅在空气中易被氧化，会影响台阶高度的稳定性；同时二氧化硅层是透明层，不适用于光学原理的测量方法，所以需要溅射一层金属铬。铬原子在基板上附着力强，易形成稳定的溅射层，且标准样版台阶结构的上下表面同时都覆盖一层铬膜，结构上下表面同时可发生自氧化形成保护层，达到物理结构稳定。因此，选取铬形成溅射层，可提高标准台阶样版的稳定性和使用范围^[6]。溅射的厚度为 $20\ \text{nm}$ 。图 5 (a) 为制备完成的标准样版阵列的硅片，图 5 (b) 为使用激光划片机按照预留的划片道划片后的状态，单个样片的尺寸为 $5\ \text{mm}\times 5\ \text{mm}$ 。



(a) 制备完成的标准样版晶圆片 (b) 划片扩展后的样版

图 5 制备完成与扩展的样版

Fig. 5 Prepared and expanding standard templates

2 纳米台阶标准样版的表征

2.1 测量设备

为了实现对纳米台阶标准样版进行高精度的测量与表征，实验中使用由德国 SIOS 公司生产的计量型 NMM。NMM 测量的空间范围是 $25\ \text{mm}\times 25\ \text{mm}\times 5\ \text{mm}$ ，分辨率为 $0.08\ \text{nm}$ ，并且三轴的定位不确定度 $\leq 10\ \text{nm}$ 。NMM 的定位与测量是通过 x, y, z 三轴上的激光干涉仪实现的，用以保

证测量结果可直接溯源至米的定义^[7]。三台激光干涉仪是通过正交式的布局使干涉仪的正交点与被测对象的接触点重合,在 x 、 y 、 z 三个方向上最大程度地消除了阿贝误差^[8]。被测样品被放置在一块移动平台上,移动平台的外表面有角镜,三个激光干涉仪通过角镜与移动平台形成一个反馈式的空间定位系统,整个系统保证移动平台三个方向上正交化,其中系统的移动是由三轴的电机驱动来实现的,移动过程中产生的角度误差由安装在 x 和 y 方向上的两个角度传感器检测,并由 z 方向上的四个电机进行修正。实验过程中将 NMM 放置在隔振腔内,使实验所处环境即隔振腔内噪音低于 40 dB。计量型 NMM 的计量原理结构如图 6 所示,图中 φ_x 、 φ_y 和 φ_z 分别为 x 轴、 y 轴和 z 轴的角度误差。

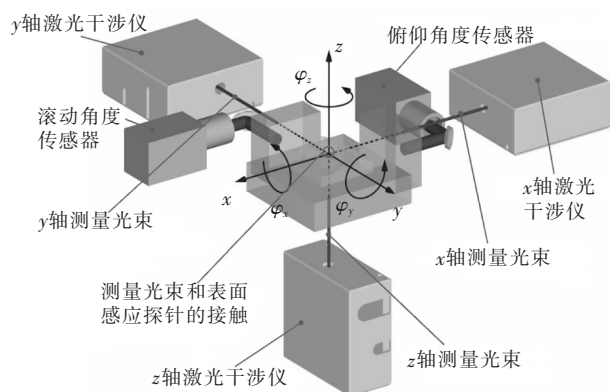


图 6 计量型 NMM 的计量原理结构图

Fig. 6 Metrological principle structure diagram of the metrological NMM

计量型 NMM 可根据测量需求分时配备原子力测头 (AFM)、扫描白光干涉测头 (SWLIS)、激光聚焦式测头 (LFS) 三种定位测头。由于 AFM 采用点扫描方式,测量速度较慢,且接触探针易划伤或损坏样版表面^[9],故对于台阶标准样版的测量与表征,主要采用 SWLIS 与 LFS 的测量方法^[10]。

2.2 测量过程与结果分析

首先,根据 A 区域内的设计单位标识与样版型号标识确定纳米台阶标准样版在计量型 NMM 精密平台的摆放方向与具体位置,再通过 CCD 观察 A

区域内两对等腰三角形边线 (图 7) 锁定 B 区域。



图 7 AFM 循迹过程

Fig. 7 AFM tracing process

其次,在进行标准样版测量之前,NMM 的镜头聚焦于 B 区域内的横向定位块,寻找矩形形状长边上的三角形形状:若视野内出现等边三角形的顶角或两条斜边,则说明镜头正处于矩形的外边缘;若视野内出现等腰直角三角形的斜边与直角边或这两条边形成的锐角,则说明镜头正处于矩形的内边缘,从而确定镜头所处标准样版上的位置,确定有效几何尺寸结构。

再次通过操作 NMM 的定位平台移至两个同侧矩形间的间隙,确定纳米台阶的起始测量位置,实现快速定位有效几何尺寸结构的功能,提高测量效率。

通过有效、准确地循迹结构设计,可实现较为便捷的重复性测量。本文分别使用 LFS 和 AFM 的接触模式 (DC) 和 SWLIS 对纳米台阶标准样版 B 区域内的有效几何尺寸结构进行多次重复性测量。其测量结果如图 8 所示,图中 h 为标准台阶高度, n 为测量次数,本次测量实验为 10 次。在利用 SWLIS 测量方法时采用低倍镜头采集纳米台

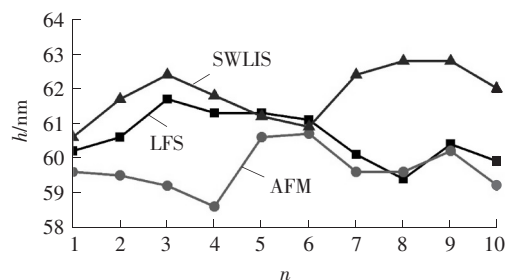


图 8 台阶标准样版测量结果

Fig. 8 Measurement results of the step standard template

阶标准样版 B 区域内结构, 其大范围全视场的三维形貌重构图如图 9 所示。AFM 测量方法采集台阶结构数据后, 重构其局部台阶的三维结构, 如图 10 所示。

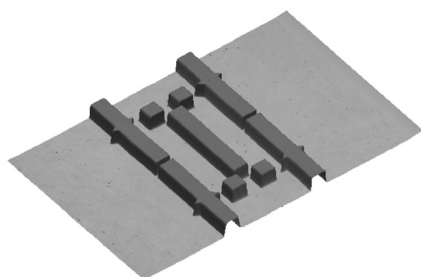


图 9 SWLIS 大范围全视场结构图

Fig. 9 Structure diagram of the SWLIS large scale full field

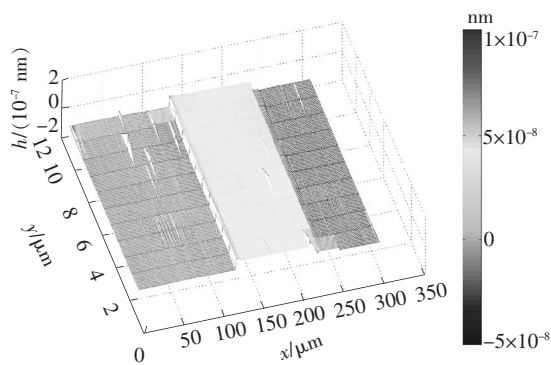


图 10 标准样版的局部台阶三维重构图

Fig. 10 Local step 3D reconstruction diagram of the standard template

由图 8 可得, 纳米台阶标准样版采用 LFS 测量方法的平均值为 60.6 nm, 其 10 次测量结果的标准偏差为 0.7 nm; 采用 AFM 测量方法的平均值为 59.7 nm, 其 10 次测量结果的标准偏差为 0.6 nm; 采用 SWLIS 测量方法的平均值为 61.3 nm, 其 10 次测量结果的标准偏差为 0.7 nm。三种测量方法的测量结果显示, 纳米台阶标准样版的实际高度与设计高度基本一致, 三种测量方法的标准偏差均小于 1 nm, 说明了设计的纳米台阶标准样版的加工工艺和几何尺寸的准确性, 证明了此标准样版量值传递的可靠性与高精度。

2.3 台阶标准样版的区域均匀性

在台阶标准样版的有效几何尺寸区域测量不同

位置的台阶高度, 以台阶为中心在台阶两侧各取 5 个相互对称、共 10 个位置进行测量, 具体位置按照图 11 所示, 对台阶均匀性进行分析。其测量结果如图 12 所示, 图中 m 为测量位置。

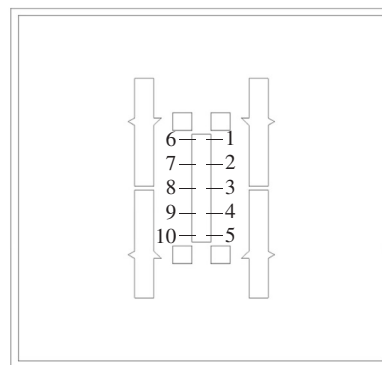


图 11 标准样版的具体测量位置

Fig. 11 Specific measuring position of the standard template

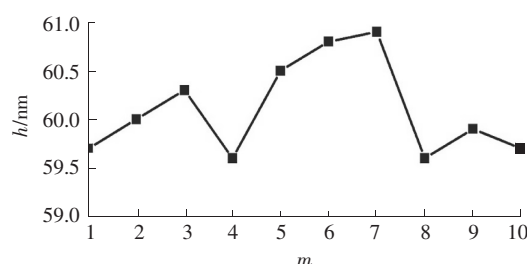


图 12 标准样版均匀性测量结果

Fig. 12 Uniformity measurement results of the standard template

由图 12 可得, 纳米台阶标准样版 10 个位置的测量结果平均值为 60.1 nm, 其 10 次测量结果的标准偏差为 0.5 nm。说明了设计的纳米台阶标准样版的有效几何尺寸结构各区域高度值基本一致, 具有较好的一致性和均匀性。

2.4 台阶标准样版的稳定性实验

对制备的纳米台阶标准样版的稳定性进行考核, 每个月测量两次有效几何尺寸区域的高度值, 共监测 12 个月, 纳米台阶标准样版的测量结果如图 13 所示。由图 13 可得, 纳米台阶标准样版的稳定性测量实验的平均值为 60.2 nm, 其重复性标准偏差为 0.4 nm。通过测量结果说明台阶标准样版的几何结构量值没有变化, 台阶标准样版的高度值稳定。

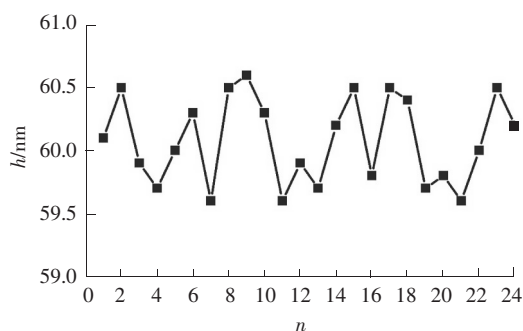


图13 标准样版稳定性测量结果

Fig. 13 Stability measurement results of the standard template

3 结 论

本文针对高精度微纳米测量仪器快速定位有效几何尺寸结构并实现准确校准的测量需求,设计了标称值为 60 nm、具有视觉 CCD 可观察的循迹结构实现有效几何尺寸结构快速定位的台阶高度标准样版。通过对有效加工工艺参数的控制和溅射镀膜工艺的优化,达到了标准样版光学与非光学测量方法广泛适用的要求,使多种定位测量方法的测量重复性标准偏差均小于 1 nm。测量实验验证了循迹结构具有适用性强、可重复定位的快速定位功能,并通过对标准样版的均匀性、稳定性、量值准确性进行量化分析,表明本文所制备的纳米台阶标准样版的图形结构可满足纳米尺度台阶快速循迹定位和高精度测量的需求。

参考文献:

- [1] DAI G, KOENDERS L, POHLENZ F, et al. Accurate and traceable calibration of one-dimensional gratings [J]. Measurement Science and Technology, 2005, 16 (6): 1241 - 1249.
- [2] KIM J A, KIM J W, PARK B C, et al. Calibration of two-dimensional nanometer gratings using optical diffractometer and metrological atomic force microscope [C] // Proceedings of SPIE. San Diego, California, USA, 2005, 5879: 58790Z-1 - 58790Z-8.
- [3] WILKENING G, KOENDERS L. Nanoscale calibration standards and methods: dimensional and related measurements in the micro and nanometer range [M]. Berlin: Wiley-VCH, 2005.
- [4] 刘忍肖, 高洁, 葛广路. 我国纳米标准样品研究进展 [J]. 中国标准化, 2012 (10): 80 - 84.
- [5] 施敏. 半导体制造工艺基础 [M]. 合肥: 安徽大学出版社, 2007.
- [6] 冯亚南, 李锁印, 韩志国, 等. 纳米台阶高度标准样块的研制与评价 [J]. 宇航计测技术, 2016, 36 (5): 63 - 66.
- [7] MICHIHATA M, TAKAYA Y, HAYASHI T. Nano position sensing based on laser trapping technique for flat surfaces [J]. Measurement Science and Technology, 2008, 19 (8): 084013-1 - 084013-7.
- [8] JÄGER G, MANSKE E, HAUSOTTE T, et al. Nanomeasuring and nanopositioning engineering [J]. Measurement, 2006, 43 (9): 1099 - 1105.
- [9] GARNAES J, KOFOD N, KÜHLE A, et al. Calibration of step heights and roughness measurements with atomic force microscopes [J]. Precision Engineering, 2003, 27 (1): 91 - 98.
- [10] 雷李华, 邹子英, 李源, 等. 纳米台阶标准样版的制备和表征 [J]. 微纳电子技术, 2011, 48 (9): 600 - 605.



作者简介:

曲金成 (1991—), 男, 黑龙江密山人, 硕士研究生, 主要研究方向为微纳米标准样版的制备与计量;

李源 (1979—), 男, 山东莱西人, 教授级高级工程师, 主要研究方向为微米纳米计量, 曾获上海市科技进步奖 2 次, 国家科技进步奖 1 次。

(上接第 823 页)

- [17] XING X Q, BUTLER D L, NG S H, et al. Simulation of droplet formation and coalescence using lattice Boltzmann-based single-phase model [J]. Journal of Colloid & Interface Science, 2007, 311 (2): 609 - 618.
- [18] KÖRNER C, THIES M, HOFMANN T, et al. Lattice Boltzmann model for free surface flow for modeling foaming [J]. Journal of Statistical Physics, 2005, 121 (1/2): 179 - 196.



作者简介:

吴梁玉 (1987—), 女, 江西瑞昌人, 博士, 讲师, 主要从事微尺度流动与传热研究。