

# Возможности метрологических систем атомно-силовой микроскопии для исследований, разработок и контроля параметров изделий микро- и наноэлектроники

В.А. Быков<sup>1,2</sup>, Ан.В. Быков<sup>1</sup>, Ю.А. Бобров<sup>1</sup>, В.В. Котов<sup>1</sup>, С.И. Леесмент<sup>1</sup>, В.В. Поляков<sup>1</sup>

<sup>1</sup>ООО «НТ-МДТ», г. Москва, vbykov@ntmdt-si.ru

<sup>2</sup>МФТИ

**Аннотация** — В статье изложены современные возможности сканирующих зондовых микроскопов для исследования свойств и метрологического контроля поверхностей и наноструктур, в том числе, изделий микро- и наноэлектроники.

**Ключевые слова** — сканирующий туннельный микроскоп, СТМ, сканирующий атомно-силовой микроскоп, АСМ, сканирующий зондовый микроскоп, СЗМ, комбинационное рассеяние, Рамановская спектроскопия, Рамановская микроскопия сверхвысокого разрешения, ближнепольная оптическая микроскопия, безапертурная сканирующая зондовая микроскопия ближнего поля, кантилевер, нанотехнология, метрология, нанометрология, наноэлектроника.

## I. ВВЕДЕНИЕ

К настоящему времени сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) вошла в состав классических методов исследования наноструктур и широко используется для качественной оценки физико-химических, геометрических, электрических, механических, магнитных параметров поверхностей, биологических объектов, в том числе, живых клеток и их реакцию на состав и параметры окружающей среды.

Кроме морфологии высокого пространственного разрешения, сканирующие зондовые микроскопы позволяют измерять целый ряд физических свойств поверхностных структур:

- распределение сил трения между зондом и поверхностью в процессе сканирования;
- распределение поверхностного электрического потенциала (Кельвин-мода);
- распределение поверхностной проводимости;
- распределение электрической емкости системы зонд-поверхность  $C(x,y)$ , а также  $dC/dz$ ,  $dC/dV$ ;
- распределение магнитных сил в системе зонд с заданной намагниченностью – поверхность;
- распределение пьезоэлектрических свойств;
- распределение теплопроводности;
- распределение механических свойств (модуля Юнга);
- распределение адгезионных свойств;
- распределение электрических свойств поверхностей, плотность поверхностных состояний;

- строение и свойства приповерхностных двойных слоев на границе – изучаемый объект, адсорбированный на твердой подложке – проводящая жидкость.

Помимо этого СЗМ позволяет проводить локализованную модификацию поверхностей в многочисленных режимах нанолитографии.

Для исследования оптических свойств интенсивно развиваются т.н. комбинированные методы, позволяющие одновременно работать в режимах атомно силовой микроскопии и спектроскопии комбинационного рассеяния (Рамановской), люминесцентной спектроскопии, безапертурной ближнепольной микроскопии с возможностью визуализации распределения модулированного вибрирующим зондом рассеянного излучения в видимом, ИК и терагерцовом диапазонах длин волн с разрешением до 10 нм.

В результате интенсивного развития микроэлектроники в последние годы получила заметное развитие элементная база. Появились новые, мощные микропроцессоры, программируемые логические интегральные схемы. Внедрение современных компонентов в контроллеры СЗМ позволило заметно повысить их производительность, реализовать многие процедуры в режиме реального времени, начать применять элементы искусственного интеллекта на базе нейронных сетей. Данные модификации позволили существенно автоматизировать процесс получения СЗМ-данных, повысить их достоверность и производительность систем. В частности, в настоящее время в функциях приборов введена возможность быстрого, автоматического подбора параметров сканирования в методе амплитудной модуляции («Теплинг» моде). Это делает атомно-силовые микроскопы нашей компании доступными для технологов, материаловедов и, даже, школьников, дает возможность получать высококачественное изображение рельефа поверхности.

**А.** *Сканирующий зондовый микроскоп «ВЕГА» с возможностью применения для исследования наноструктур микро- и наноэлектроники*

На универсальных сканирующих зондовых микроскопах, используемых для исследовательских работ, размер образцов в плоскости, обычно, не превышает 40

мм, хотя опционально может достигать и 100 мм (<https://www.ntmtdt-si.ru/products/modular-afm/ntegra-ii>). Ограничение связано с требованием возможности получения высокого разрешения, которое должно составлять доли ангстрема. В современной микроэлектронике размеры пластин могут составлять 300 мм и более. В России ни исследовательские институты, ни производства с такими пластинами пока не работают. Максимальный диаметр пластин составляет 200 мм. Именно под этот размер пластин и была произведена разработка прибора «Вега» [1] (рис. 1).



**Рис. 1.** Сканирующий зондовый микроскоп ВЕГА, на столе пластина диаметром 200 мм (слева) и набор образцов

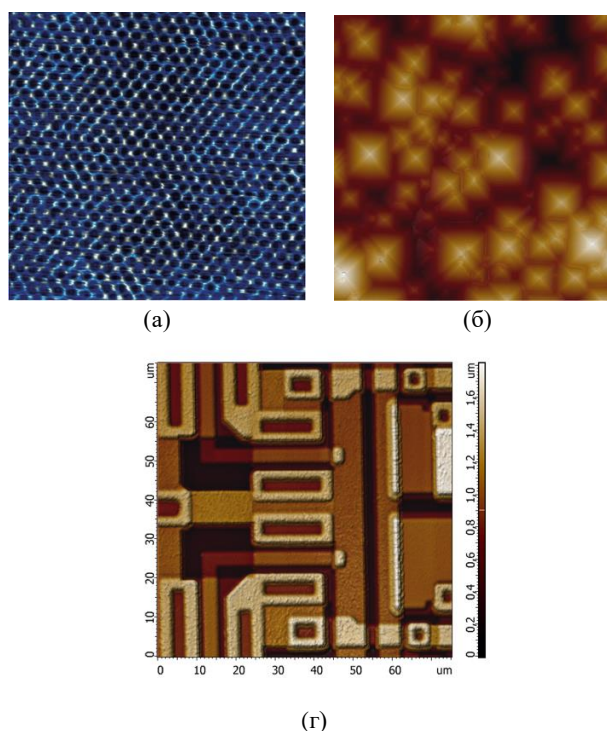
Конструкция прибора выполнена таким образом, чтобы наряду с возможностью работы практически во всех режимах атомно-силовой микроскопии, в системе была обеспечена возможность получения атомарного разрешения. Корпус прибора выполнен из звукопоглощающих не пылящих материалов, обеспечивающих возможность работы в чистых зонах. Измерительный комплекс оснащен системой пассивной акустической защиты и активной виброзащитой. В рабочей зоне прибора обеспечивается безвентиляторная термостабилизация с точностью  $0.05^{\circ}$  в интервале температур на 3 – 10 градусов выше температуры окружающей среды, что позволяет сводить термические дрейфы до рекордно низких уровней, обеспечивая возможность получения атомарного разрешения.

Система автоматического позиционирования зонд – образец позволяет проводить автоматические измерения как в заданных областях 200 мм пластины, так и работать с массивами образцов. При этом точность позиционирования на площади  $200 \times 200$  мм<sup>2</sup> составляет 1 мкм.

Прецизионные датчики трубчатого пьезосканера и координатного стола обеспечивают высокую точность позиционирования в микро- и наномасштабах. Область

сканирования пьезосканером  $100 \times 100$  мкм<sup>2</sup>. Сканер оснащен высокоточными емкостными датчиками, обеспечивающими уровень шума менее 300 пм в плоскости образца и менее 30 пм по нормали. Температурный дрейф по всем трем координатам не превышает 0,2 нм/мин. Система обеспечивает скорость позиционирования до 8 мм/сек по X,Y (в плоскости образца).

Прибор обеспечен базовым набором методик, включающим как контактные – измерения рельефа, распределения латеральных сил, регистрация токов растекания, измерение силовой микроскопии пьезоотклика, так и модуляционные методики – «Теплинг» моду с автоматической подстройкой параметров сканирования с отображением рельефа и фазы (режимы ScanTronic™), распределения потенциала (Кельвин-мода), распределения магнитных сил (в случае использования специальных магнитных зондов), электростатического взаимодействия, распределения изменений электрической емкости между зондом и образцом.



**Рис. 2.** Сканирующий зондовый микроскоп ВЕГА, (а) – атомное разрешение решетки НОРГ, 6×6 нм; (б) – «черный» Si, 40×40 мкм, (г) – фрагмент интегральной схемы, полученный в автоматическом режиме при помощи ScanTronic™ (65×65 мкм)

В АСМ ВЕГА наряду с традиционными, используются новые методы сканирующей атомно-силовой спектроскопии – методы семейства Hybrid (HD) – в которых в процессе сканирования в каждой точке с высокой скоростью измеряется зависимость угла изгиба кантилевера от расстояния. Идея измерений такого типа была предложена еще в 90-е годы и называлась Jumping mode – прыгающая мода. Достоинства ее были понятны – интерпретация силовой кривой очень информативна,

но на практике ее в то время применять было бессмысленно – процесс измерения силовой кривой занимал слишком долгое время – возможности электроники не позволяли. Для возможности достоверной интерпретации каждая кривая должна содержать, как правило, не менее 500 точек, что делало процесс сканирования очень медленным – измерение одной строки занимало не меньше минуты, а, следовательно, на один скан из 300 строк нужно было затратить около 5 часов, что совершенно неприемлемо. Появившаяся новая элементная база позволила разработать контроллеры, обеспечивающие скорость сканирования до 2 строк в секунду и при этом снимать силовую кривую из 3000 отсчетов в точке. Реализация этой возможности и позволила нам реализовать режим сканирующей зондовой спектроскопии – Hybrid™ mode (рис. 3) [2] – (Прыжковой АСМ), что позволило измерять:

- Рельеф поверхности в режимах притяжения и отталкивания.
- Модуль Юнга.
- Адгезию и работу адгезии.
- Проводимость.
- Латеральный и вертикальный пьезоотклик.
- Температуру и теплопроводность.
- Термоэлектрические свойства.
- Электростатические свойства: потенциал поверхности, работу выхода и т.д.

Применение такого режима сканирования особо полезно в тех случаях, когда с одной стороны неприменимы контактные методы из-за их слишком жесткого воздействия на образец, а сила взаимодействия и время контакта между зондом и образцом в случае применения амплитудно-модуляционной методики – слишком малы.

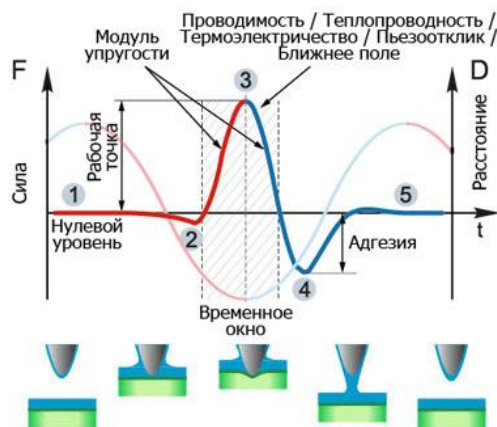


Рис. 3. Hybrid™ mode – Прыжковая АСМ

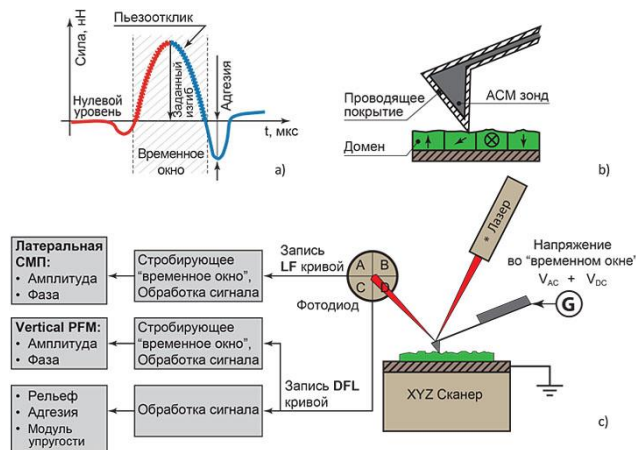


Рис. 4. Прыжковая АСМ пьезоотклика

Дальнейшее развитие Hybrid™ mode позволило создать новые, информативно-емкие методы, позволяющие измерять пьезоэлектрические свойства материалов (рис. 4). В этом режиме в процессе измерения силовой кривой в нужный момент между зондом и образцом подается переменный электрический сигнал заданной амплитуды и частоты, что позволяет исследовать пьезоэлектрические материалы. Поскольку зонд АСМ отводится от поверхности в каждой точке сканирования, сила латерального взаимодействия зонда и образца значительно уменьшается по сравнению с обычным контактным методом.

Это дает новые возможности для исследований пьезоотклика мягких, плохо закрепленных и хрупких объектов, таких как биологические образцы, наночастицы и т.д.

Также была реализована возможность двухпроходных резонансных магнитных и электростатических измерений с одновременной регистрацией рельефа, адгезии, модуля упругости и исследованиями пьезоотклика.

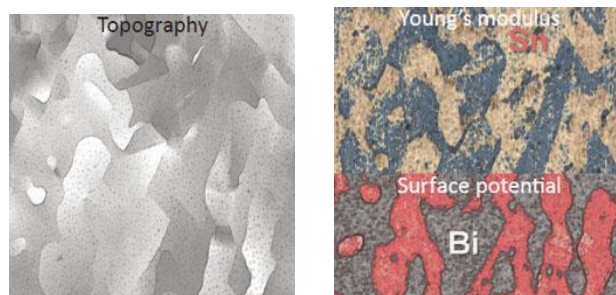
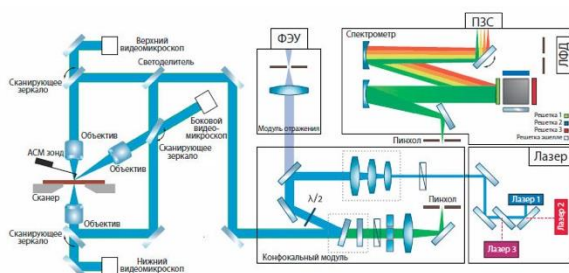


Рис. 5. Исследование сплава олово-висмут прыжковой АСМ. Размер скана 10x10 мкм. Слева – топография, справа – поверхностный потенциал и модуль Юнга

**В.** Сканирующая многофункциональная спектроскопия комбинационного рассеяния (Рамановская) в комбинации с АСМ.

Интеграция СЗМ с методами оптической спектроскопии представляет исключительный интерес. Для реализации этой идеи с конца 90-х годов нашей группой были предприняты разработки соответствующих систем – были созданы приборы линии СЗМ СПЕКТРА, включающие как атомно-силовую, так и сканирующую Рамановскую и люминесцентную спектроскопию. Разработка зондов со специальными покрытиями, способными концентрировать оптические плазмоны, позволила создать приборы, позволяющие регистрировать эффект гигантского усиления Рамановского рассеяния – реализовать методы Tip Enhanced Raman Scatterings (TERS) [3-5].



**Рис. 6.** Схема и фотография системы ИНТЕГРА-СПЕКТРА II

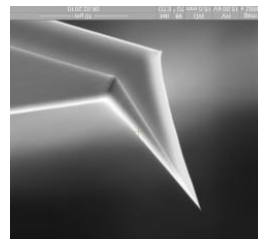
На рис. 6 изображена общая схема и фотография системы ИНТЕГРА-СПЕКТРА II разработки 2015-2020 года. Новая оптическая схема состоит из трех независимых каналов возбуждения образца: сверху, сбоку и снизу. Каждый канал реализован в виде независимого модуля.

Важнейшим элементом системы является сам зонд СЗМ. На рис. 7 показан зонд СЗМ СПЕКТРА РАМАН. Для изготовления зондов используется кремний, с ориентацией плоскости зонда такой, что нормаль к ориентации зонда составляет  $20^\circ$  (рис.7). Это позволяет получить оптический доступ к объекту исследования при заводе излучения сверху.

Зонд покрыт тонкой пленкой Ag-Au и является концентратором оптических плазмонов, обеспечивая эффект TERS.

Открытый дизайн обеспечивает возможности модификации системы. Каждый конкретный канал позво-

ляет наблюдать образец с помощью объектива с увеличением до 200х, возбуждать образец лазерным лучом, сканировать сфокусированным лазерным пятном по поверхности образца.

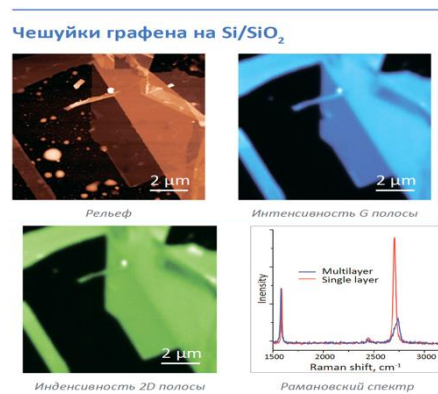


**Рис. 7.** Зонд СЗМ РАМАН

Диапазон длины волны возбуждения - от 325 нм до 1064 нм\*.

Автоматизированная юстировка оптической системы АСМ сводит к минимуму действия пользователя по её настройке.

Спектрометр может быть снабжен различными детекторами – ФЭУ, ЛФД, ПЗС. Карты Рэлеевского и Рамановского рассеяния могут быть получены одновременно.



**Рис. 8.** TERS графена на кремнии со слоем оксида

Методика позволяет получать информативные результаты, в том числе, свойств предельно тонких углеродных материалов – графенов, углеродных нанотрубок, слоистых полупроводников, а также квантовых точек, нанопроволок и других материалов, активных в комбинационном рассеянии.

**С.** Сканирующая ближнепольная микроскопия

Ближнепольная оптическая микроскопия (СБОМ) развивалась с середины 70-х годов как апертурная микроскопия. Пространственное разрешение СБОМ, как правило, не превышало 100 нм. Наиболее интересное для практических применений направление начало развиваться с рождением идеи безапертурной сканирующей ближнепольной оптической микроскопии (БА СБОМ) [6-8].

В БА СБОМ регистрируется модулированное вибрирующим, как правило на первой резонансной частоте кантилевером, рассеянное лазерное излучение. Разрешение при этом определяется радиусом кривизны зонда, а интенсивность рассеянного излучения зависит от поляризуемости поверхностных структур, диэлектрической проницаемости, неупругого взаимодействия зонда с поверхностными структурами образца.

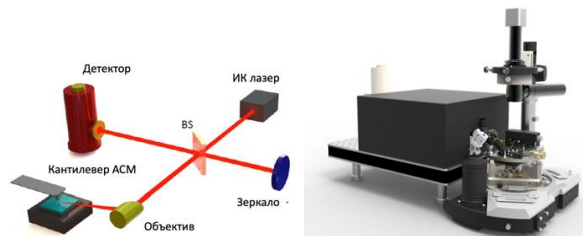


Рис. 9. Принципиальная схема и фотография прибора ИНТЕГРА-ИК

На рис. 9 приведена принципиальная схема и фотография прибора ИНТЕГРА-ИК. Система может работать в спектральном диапазоне 3 – 12 мкм в зависимости от используемого лазера. Наиболее интересны перестраиваемые каскадные лазеры, но для исследований полупроводниковых структур можно использовать и гораздо более дешевый CO<sub>2</sub> лазер, имеющий небольшой диапазон перестройки (9,4 – 10,6 мкм). На рис. 10 приведены результаты исследования скола транзистора.

Слева – результат электронно-микроскопического снимка, а справа (б) безапертурная ближнеполюсная ИК – микроскопия. На электронно-микроскопическом снимке легированная область не видна, а на ИК СБОМ – она видна прекрасно.

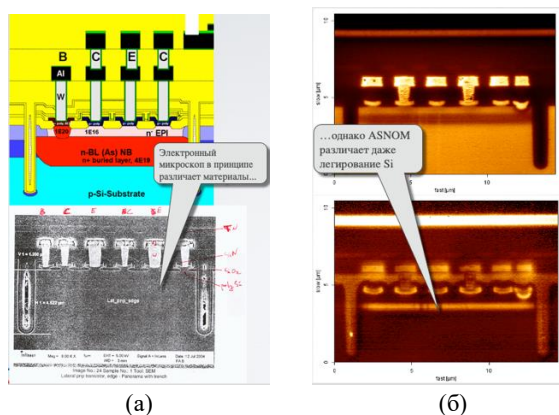


Рис. 10. Электронная микроскопия (слева) и ИК СНОМ (справа)

Но наиболее интересна ИК СБОМ в случае использования перестраиваемых лазеров. При этом можно получать результаты по распределению на поверхности химических функциональных групп.

Представляется исключительно интересным использование принципов безапертурной ИК микроскопии с использованием перестраиваемых источников терагерцового излучения таких, как лазеры на свободных электронах. В этом случае появляется возможность «чтения» кодонов ДНК, идентификация белков и других крупных молекулярных объектов с разрешением вплоть до отдельных кодонов.

#### D. Сканирующая ион-проводящая микроскопия

В сканирующей ион-проводящей микроскопии (СИПМ) в качестве зонда СЗМ может выступать тонкий, с диаметром внутреннего отверстия порядка 10 нм, капилляр. При этом измеряется ток между электродом в капилляре и электродом в проводящем, как правило в водном, растворе. При приближении зонда к поверхности ток начинает изменяться (падать). Поддерживая это изменение на заданном уровне, производится сканирование. Это так называемая, капиллярная микроскопия. Метод был предложен в конце 80-х годов прошлого века Паулем Хансма в 1989 году, но по-настоящему развит был профессором Юрием Корчевым (факультет медицины, Империял колледжа в Лондоне) [9-10].

В настоящее время фокус приложений этого метода – клеточная биология и медицина, но в то же время он может быть весьма интересным для исследования процессов травления, зарядки-разрядки структурных элементов аккумуляторных батарей, структуры двойных слоев в приповерхностных областях, для развития технологий микро- и наноэлектроники.

## II. Выводы

Можно уверенно констатировать, что к настоящему времени в России выполнены разработки и организовано производство практически полного, за исключением сверхвысоковакуумных СЗМ, комплекса приборов и методов для исследования микро- и наноструктур с использованием сканирующих зондовых микроскопов. Для лабораторий – созданы приборы линии ИНТЕГРА, для системы образования в школах и колледжах – бюджетные, но достаточно мощные НАНОЭДЬЮКАТОРЫ и СОЛВЕР-НАНО, а для исследовательских работ – приборы кратко описанные в настоящей статье. Следует отметить, что развитие наноэлектроники, создание новой элементной базы дают возможность дальнейшего совершенствования приборов, внедрения элементов систем искусственного интеллекта в программное обеспечение с раскрытием возможностей развивающейся элементной базы контроллеров, срок морального старения которых сегодня составляет порядка 5 лет.

### Благодарности

Производитель оборудования компания ООО «НТ-МДТ» является участником проекта «Сколково» [11].

Проект по сканирующей ион-проводящей микроскопии реализуется в сотрудничестве с компанией ICARRIC [12] при поддержке Фонда содействия инновациям [13].

## ЛИТЕРАТУРА

- [1] <https://www.ntmdt-si.ru/products/automated-afm/vega>  
 [2] <https://www.ntmdt-si.ru/products/features/hybrid-mode>  
 [3] Stöckle, Raoul M.; Suh, Yung Doug; Deckert, Volker; Zenobi, Renato (February 2000). Nanoscale chemical analysis by tip-enhanced Raman spectroscopy // Chemical Physics Letters. 318 (1–3): 131-136.  
 [4] Thomas Schmid, Christian Camus, Sebastian Lehmann, Daniel Abou-Ras, Christian-Herbert Fischer, Martha Christina Lux-Steiner, and Renato Zenobi. Spatially resolved characterization of chemical species and crystal structures in CuInS<sub>2</sub> and CuGa<sub>x</sub>Se<sub>y</sub> thin films using Raman microscopy // Phys. Status Solidi, No. 5, 2009.  
 [5] Johannes Stadler, Thomas Schmid, and Renato Zenobi. Chemical Imaging on the Nanoscale – Top-Illumination Tip-Enhanced Raman Spectroscopy // CHIMIA 2011, 65, No. 4 235.  
 [6] F. Zehnhäusern, Y. Martin, K. Wickramasinghe. Scanning interferometric apertureless microscopy – optical imaging with 10 Å resolution // Science 269, pp.1083-1085, (1995).  
 [7] B. Knoll, F. Keilmann, A. Kramer, R. Guckenberger. Contrast of microwave near field microscopy // Appl. Phys. Lett, 70, pp. 2667-269 (1997).  
 [8] Kazantsev D.V., Kuznetsov E.V., Timofeev S.V., Shelaev A.V., Kazantseva E.A. Apertureless near-field optical microscopy // Physics-Uspekhi. 2017. T. 60. № 3. C. 259-275.  
 [9] Milovanovic M, Korchev YE, Lab MJ, Bashford C Let al., 1997, Scanning probe microscopy of soft samples: Comparison of AFM with SICM, BIOPHYSICAL JOURNAL, Vol: 72, Pages: TU430-TU430, ISSN: 0006-3495.  
 [10] <https://www.imperial.ac.uk/people/y.korchev/publications>  
 [11] <https://sk.ru/>  
 [12] <http://icappic.com/>  
 [13] <http://fasie.ru/>

# Capabilities of Metrological Systems of Atomic Force Microscopy for Research, Development and Control of Micro- and Nanoelectronic Products Parameters

V.A. Bykov<sup>1,2</sup>, An.V. Bykov<sup>1</sup>, Y.A. Bobrov<sup>1</sup>, V.V. Kotov<sup>1</sup>, S.V. Leesment<sup>1</sup>, V.V. Polyakov<sup>1</sup>

<sup>1</sup>NT-MDT Spectrum Instruments companies group, Moscow, [vbykov@ntmdt-si.ru](mailto:vbykov@ntmdt-si.ru)

<sup>2</sup>MIPT, Moscow, [www.mipt.ru](http://www.mipt.ru)

**Abstract** — The article describes the modern capabilities of scanning probe microscopes for studying the properties and metrological control of surfaces and nanostructures, including micro- and nanoelectronic products.

**Keywords** — scanning tunneling microscope, STM, scanning atomic force microscope, AFM, scanning probe microscope, SPM, Raman scattering, Raman spectroscopy, ultra-high resolution Raman microscopy, near-field optical microscopy, apertureless scanning probe microscopy of the near field, cantilever, cartridge, nanotechnology, metrology, metrology nanometrology, nanoelectronics.

## REFERENCES

- [1] <https://www.ntmdt-si.ru/products/automated-afm/vega>  
 [2] <https://www.ntmdt-si.ru/products/features/hybrid-mode>  
 [3] Stöckle, Raoul M.; Suh, Yung Doug; Deckert, Volker; Zenobi, Renato (February 2000). Nanoscale chemical analysis by tip-enhanced Raman spectroscopy // Chemical Physics Letters. 318 (1–3): 131-136.  
 [4] Thomas Schmid, Christian Camus, Sebastian Lehmann, Daniel Abou-Ras, Christian-Herbert Fischer, Martha Christina Lux-Steiner, and Renato Zenobi. Spatially resolved characterization of chemical species and crystal structures in CuInS<sub>2</sub> and CuGa<sub>x</sub>Se<sub>y</sub> thin films using Raman microscopy // Phys. Status Solidi, No. 5, 2009.  
 [5] Johannes Stadler, Thomas Schmid, and Renato Zenobi. Chemical Imaging on the Nanoscale – Top-Illumination Tip-Enhanced Raman Spectroscopy // CHIMIA 2011, 65, No. 4 235.  
 [6] F. Zehnhäusern, Y. Martin, K. Wickramasinghe. Scanning interferometric apertureless microscopy – optical imaging with 10 Å resolution // Science 269, pp.1083-1085, (1995).  
 [7] B. Knoll, F. Keilmann, A. Kramer, R. Guckenberger. Contrast of microwave near field microscopy // Appl. Phys. Lett, 70, pp. 2667-269 (1997).  
 [8] Kazantsev D.V., Kuznetsov E.V., Timofeev S.V., Shelaev A.V., Kazantseva E.A. Apertureless near-field optical microscopy // Physics-Uspekhi. 2017. Vol. 60. No. 3. P. 259-275.  
 [9] Milovanovic M, Korchev YE, Lab MJ, Bashford C Let al., 1997, Scanning probe microscopy of soft samples: Comparison of AFM with SICM, BIOPHYSICAL JOURNAL, Vol: 72, Pages: TU430-TU430, ISSN: 0006-3495.  
 [10] <https://www.imperial.ac.uk/people/y.korchev/publications>  
 [11] <https://sk.ru/>  
 [12] <http://icappic.com/>  
 [13] <http://fasie.ru/>