

DOI: 10.19650/j.cnki.cjsi.J2210245

# 亚 50 nm 台阶高度标准物质的可控制备及定值研究\*

张雅馨<sup>1</sup>, 王琛英<sup>1,2</sup>, 景蔚萱<sup>1</sup>, 施玉书<sup>3</sup>, 蒋庄德<sup>1</sup>

(1. 西安交通大学机械制造系统工程国家重点实验室 西安 710049; 2. 西安交通大学高端制造装备协同创新中心 西安 710049; 3. 中国计量科学研究院 北京 100029)

**摘要:** 纳米台阶高度标准物质可以传递准确、可溯源的纳米高度量值。针对我国缺乏可控的高质量亚 50 nm 台阶高度标准物质制备技术的问题, 提出了基于原子层沉积结合湿法刻蚀的纳米台阶高度标准物质研制方法, 通过工艺过程优化实现了台阶高度亚纳米量级精确可控, 制备出了最小公称高度仅为 5 nm 的亚 50 nm 台阶高度标准物质系列。其定值结果可溯源到米定义波长基准, 扩展不确定度不超过 2.0 nm, 均匀性和稳定性较好, 不同测试仪器一致性水平较高。研究表明, 所研制的纳米台阶高度标准物质可以用于亚 50 nm 高度量值传递以及多种测量仪器之间量值的比对测量, 其产业化批量生产的前景也将为半导体产业提供完善的计量保障。

**关键词:** 台阶高度标准物质; 亚 50 nm; 原子层沉积技术 (ALD); 计量学

**中图分类号:** TH711 **文献标识码:** A **国家标准学科分类代码:** 460.40

## Study on the controllable fabrication and calibration of sub-50 nm step height reference materials

Zhang Yaxin<sup>1</sup>, Wang Chenying<sup>1,2</sup>, Jing Weixuan<sup>1</sup>, Shi Yushu<sup>3</sup>, Jiang Zhuangde<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory for Manufacturing Systems Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China;

2. Collaborative Innovation Center of High-End Manufacturing, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China;

3. National Institute of Metrology, Beijing 100029, China)

**Abstract:** The nano-step height reference materials can deliver accurate and traceable nanometer height characteristic parameters. To investigate the fabrication technique of high-quality sub-50 nm step height reference materials in China, a method based on atomic layer deposition combined with wet etching is proposed. The sub-50 nm step height reference materials with a minimum height of only 5 nm are fabricated through process optimization, which achieves the precise control of the step height in the order of the sub-nanometer. The calibration results are traceable to the national meter-defined wavelength reference, and the extended uncertainty is less than 2.0 nm. Meanwhile, the reference materials has excellent uniformity and stability, and the consistency level of different measurement instruments is quite high. The results show that the nano-step height reference materials can be used for transmission of sub-50 nm height values and comparative measurement between multiple instruments. The prospect of their industrialized production will also provide a perfect metrology guarantee for the semiconductor industry.

**Keywords:** step height reference material; sub-50 nm; atomic layer deposition (ALD); metrology

## 0 引 言

随着纳米技术的发展, 纳米材料、纳米制造和纳米测量技术作为纳米科学技术的 3 大研究主题, 涉及材料科

学、微电子学、光学、机械学、生命科学<sup>[1-3]</sup>等诸多科学领域并在不断扩充。以超精密加工技术、微纳机电系统为代表的微纳米加工技术的迅速发展, 使微纳米器件的结构尺寸进一步减小<sup>[4-5]</sup>, 这也给超精密纳米测量技术的研究带来了更大的挑战。纳米测量技术是联系纳米器件性

能与纳米制造的纽带,它不仅需要对纳米器件性能进行精确测试,还要对纳米制造过程进行定量控制。因此,纳米测量技术是纳米科技发展的重要保障,是实现纳米技术突破的关键因素之一。

纳米测量技术中,纳米几何量标准物质作为纳米溯源体系的一部分,是实现纳米几何量从国家计量标准到实际生产的重要传递介质<sup>[6-9]</sup>。其中,纳米台阶高度标准物质可提供溯源至国家米定义的高度值,用于器件制造过程中的高度比对测量,有助于提高器件性能。其结构规则性、材质均匀性、稳定性等都直接影响纳米高度量值传递的准确性。基于以上需求,国内外对纳米台阶高度标准开展了广泛研究。美国 VLSI 公司提供的台阶高度标准涵盖 8 nm~250  $\mu\text{m}$  的范围,可溯源至美国国家标准与技术研究院(national institute of standards and technology, NIST)。这些台阶高度标准是通过氧化结合湿法腐蚀的方法制备,但氧化难以获得高质量薄膜,因此该方法常用于制备高度 8 nm 及以上的台阶高度标准。日本 NTT-AT 公司制备的单原子层台阶高度标准的高度则受制于材料晶格尺寸。在国内,由国家纳米科学中心制备的 50~1 000 nm 台阶高度标准物质是通过湿法刻蚀  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜及研磨的方法制备,无法获得高度在 50 nm 以下的台阶<sup>[10]</sup>。

从上述现状可以看出,我国对亚 50 nm 台阶高度标准物质的研究完全空白。目前常用的刻蚀法、热氧化法等传统制造工艺流程复杂、稳定性差,且使用  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  等晶体材料,难以制备出台阶高度均匀性好、表面质量高的亚 50 nm 台阶结构。因此,本研究提出利用原子层沉积(atomic layer deposition, ALD)技术研制厚度可控的非晶态  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜,再通过湿法刻蚀工艺将薄膜厚度转化为台阶高度的方法,研制了具有台阶高度亚纳米级可控、均匀性好、表面粗糙度小、稳定性好、工艺简单可靠、便于大批量生产等优点的亚 50 nm 台阶高度标准物质系列,最小量值可达 5 nm,优于国际的 8 nm 水平。通过对亚 50 nm 台阶高度标准物质系列进行定值以及一致性比对,验证了其量值传递能力。该亚 50 nm 台阶高度国家一级标准物质系列的高度量值可溯源到国家米定义波长基准,有助于完善我国纳米几何量值传递体系。

## 1 纳米台阶高度标准物质的设计

### 1.1 纳米台阶高度标准物质的结构设计

根据实际的测量校准需求,纳米台阶高度标准物质由校准结构和引导结构构成,如图 1 所示。校准结构是公称高度为 5, 10, 20, 40 nm, 宽 30  $\mu\text{m}$ , 长 500  $\mu\text{m}$  的一条栅线,栅线中部的 400  $\mu\text{m}$  部分作为评定区域。该尺寸设计可以满足不同测量设备(台阶仪、原子力显微镜(AFM)和白光干涉仪)对测量范围的要求,适用性强。

由于校准结构尺寸较小,在测量校准时难以迅速定位,本研究在校准结构四周设计了均匀分布的深度为 1  $\mu\text{m}$  的引导结构,具体包括箭头、方框、刻度尺和制作单位标志(西安交通大学)等,便于通过光镜快速定位校准结构并确定具体的台阶测量位置。

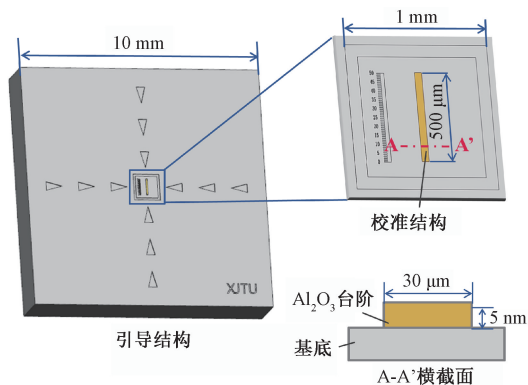


图 1 5 nm 台阶高度标准物质的结构示意图

Fig. 1 Structure diagram of 5 nm step height reference material

### 1.2 纳米台阶高度标准物质的工艺设计

台阶高度标准物质需要具备量值准确、区域均匀、长期稳定等基本特征。由于台阶结构是通过薄膜生长和刻蚀工艺得到,只有薄膜具有极高的膜厚均匀性和极低的表面粗糙度,且薄膜和基底之间具有很高的刻蚀选择比,才能满足标准物质的基本特征,因此对薄膜制备工艺提出了较高要求。

ALD 技术是一种化学气相薄膜沉积技术,可以实现超薄薄膜的共形生长。由于 ALD 技术具有原子可控堆叠、自限制逐层沉积的特点,所以薄膜厚度能够通过 ALD 循环次数精确控制,且薄膜的均匀性好、粗糙度小。因此将该技术与湿法刻蚀相结合,十分适用于台阶高度标准物质的制备<sup>[11-13]</sup>。台阶结构的材料为 ALD 沉积的  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,因为  $\text{Al}_2\text{O}_3$  硬度高、稳定性好、抗氧化性好,制备出的纳米台阶表面质量优异且长期稳定、不易变形,可以满足通常测量环境下的应用需求。刻蚀  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的溶液为磷酸溶液,因为磷酸刻蚀速度较慢,且不易与  $\text{SiO}_2$  或 Si 反应,刻蚀过程可控性及刻蚀选择性较好。

台阶高度标准物质的工艺过程如图 2 所示。首先通过光刻及干法刻蚀得到引导结构,然后通过 ALD 沉积所需厚度的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜。接着通过光刻得到台阶结构的光刻胶掩膜图形,最后通过使用磷酸进行湿法腐蚀,将薄膜厚度精确地转换为台阶高度,得到台阶高度标准物质。然而,ALD 工艺中的氧源选择、循环次数、薄膜表面处理等因素会对薄膜均匀性、薄膜厚度、薄膜表面质量等产生影响;湿法刻蚀工艺的刻蚀时间也会对台阶形状、高度及表面质量等产生影响。因此,为了提高台阶高度精度及

台阶的表面质量,实现高质量亚 50 nm 台阶高度标准物质的可控制备,需要对 ALD 薄膜生长、湿法刻蚀这些关键步骤的具体参数进行进一步优化。

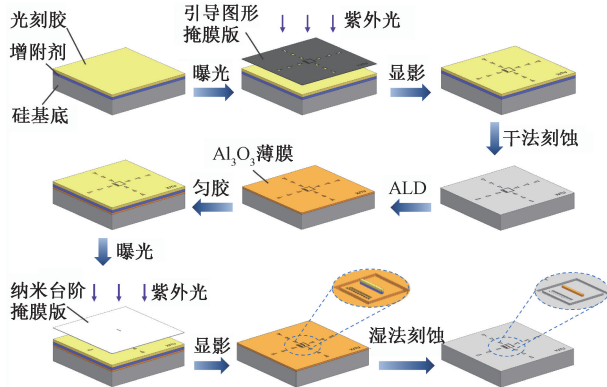


图2 纳米台阶高度标准物质制备流程示意图

Fig. 2 Fabrication process of nano-step height reference material

## 2 纳米台阶高度标准物质的制备工艺优化

### 2.1 测量仪器及其技术参数

在纳米台阶高度标准物质的制备工艺优化中,主要采用椭偏仪 (Alpha-se, Woollam 公司, 美国) 测量薄膜厚度。采用 X 射线晶体衍射仪 (XRD-7000, 岛津有限公司, 日本) 测量薄膜的晶体结构。使用 AFM (Innova, Bruker 公司, 美国) 测量薄膜及台阶表面的形貌及粗糙度。上述设备的技术参数如下:

椭偏仪: 1) 光源: 卤素灯; 2) 光谱范围: 370~900 nm; 3) 入射角: 70°; 4) 数据采样时间: 3~30 s; 5) 探测器分辨率: 0.1 nm。

X 射线晶体衍射仪: 1) X 射线管: 功率 2.2 kW, 管电压 20~60 kV, 管电流 2~80 mA; 2) 最小步进角度: 0.0001° ( $\theta$ ); 3) 扫描范围: -6°~160° ( $2\theta$ ); 4) 探测器: 闪烁晶体探测器, 线性范围  $\geq 3 \times 10^5$  cps。

AFM: 1) 闭环扫描管:  $XY > 90 \mu\text{m}$ ,  $Z > 7.5 \mu\text{m}$ ; 2) 开环扫描管:  $XY > 5 \mu\text{m}$ ,  $Z > 1.5 \mu\text{m}$ ; 3) Z 轴行程: 18 mm; 4) 电子电路: 20 位 DAC 控制器, 100 kHz,  $\pm 10$  V ADCs, 数字反馈器件。

### 2.2 氧源的确定

在 ALD 工艺中,为了研究不同氧源对薄膜生长速率、表面形貌的影响,采用  $\text{AlMe}_3$  为 Al 源,分别以  $\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{H}_2\text{O}_2$  为氧源生长  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜。采用椭偏仪测量样品表面 5 个不同区域的薄膜厚度,如表 1 所示,在相同的沉积循环次数下,由于  $\text{H}_2\text{O}_2$  的氧化性较强,采用  $\text{H}_2\text{O}_2$  作为氧源沉积速率更高,但此时膜厚的标准差较大,即样品表

面不同区域膜厚的离散程度较大,表明了膜厚一致性较差。由于较低的沉积速率有利于薄膜厚度的控制,而膜厚一致性决定了台阶高度均匀性,所以选择  $\text{H}_2\text{O}$  作为氧源。

表 1 氧源对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度的影响

Table 1 Effect of oxygen source on thickness of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  films

氧源	沉积循环次数	平均膜厚及标准差/nm
$\text{H}_2\text{O}$	80	8.49±0.04
	180	17.29±0.03
$\text{H}_2\text{O}_2$	80	15.59±1.40
	180	48.59±2.08

基于上述氧源材料的确定,最终 ALD 每个循环中沉积  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的具体参数如下,每个 ALD 循环包括 0.2 s 的  $\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{AlMe}_3$  的脉冲以及 8 s 的  $\text{N}_2$  脉冲。 $\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{AlMe}_3$  的载气流量分别为 200 sccm 和 150 sccm。

### 2.3 薄膜厚度控制

由于  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度直接决定了台阶高度,且薄膜的均匀性及粗糙程度对台阶高度标准物质的质量有重要影响,因此有必要对薄膜的厚度进行研究。使用椭偏仪对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度的测量结果如图 3 所示。通过最小二乘直线拟合所得直线斜率为 0.09 nm/cycle,截距为 0.91 nm,因此 ALD 的沉积速率为 0.09 nm/cycle。其中拟合直线的截距不为零是由于 ALD 初始的数个循环的沉积速率和稳定后的沉积速率不同<sup>[14]</sup>。

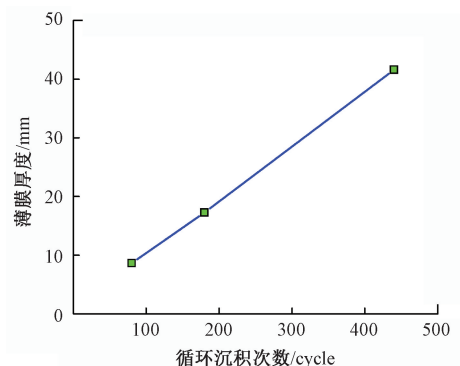


图3 ALD 沉积循环数与  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度之间的关系  
Fig. 3 Relationship between the number of ALD deposition cycles and the thickness of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  films

采用同一参数多次进行 ALD 沉积,其膜厚一致性可以体现薄膜厚度的可控性,从而决定台阶高度的可控性。为了将来在产线上实现批量生产,在 8 英寸规格的硅基底上采用同一工艺参数进行三批次 ALD 沉积实验,沉积循环数均为 500。采用椭偏仪在每个硅片上选择均匀分



布的 9 个位置测量薄膜厚度,测量结果如表 2 所示。由于一片 8 英寸硅基底可制备约 120 个样品,因此一个批次内制备的这些样品薄厚标准偏差最大仅为 0.81 nm;批次间膜厚的相对偏差为 1.57%,且薄厚标准偏差为 0.85 nm,表明批次内和批次间的膜厚一致性均较好。每片样品的台阶评定区域的长度仅为 400  $\mu\text{m}$ ,因此台阶评定区域内的膜厚一致性更好。综上,基于 ALD 的台阶高度标准物质制备方法在单片、批次内及批次间均具有很高的台阶高度可控性。

表 2 3 次 ALD 实验中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度测量结果

Table 2 Thickness of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  film in three ALD experiments nm

批次	第 1 批	第 2 批	第 3 批	批次间
平均膜厚 及标准差	53.43±0.80	54.07±0.37	55.11±0.81	54.20±0.85

## 2.4 退火对 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 薄膜的影响

ALD 沉积的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜是非晶的,相对而言,晶体  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的硬度较高,耐磨性和耐腐蚀性较好。因此,如果能够使  $\text{Al}_2\text{O}_3$  结晶,则可以提高标准物质的耐磨性和耐腐蚀性。由于在 750 $^{\circ}\text{C}$ ~800 $^{\circ}\text{C}$  的退火温度范围内,非晶相  $\text{Al}_2\text{O}_3$  将转变为  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  相结构<sup>[15]</sup>,因此实验将样品在 800 $^{\circ}\text{C}$  下进行退火,用 X 射线晶体衍射仪测量薄膜的结晶情况。退火前后  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的 XRD 图样如图 4 所示,可见退火后 XRD 图像中增加了一个约为 67 $^{\circ}$  的衍射峰,这表明在 800 $^{\circ}\text{C}$  的退火温度下  $\text{Al}_2\text{O}_3$  为晶体结构,从而使薄膜的硬度、耐磨性和耐腐蚀性得到提高。

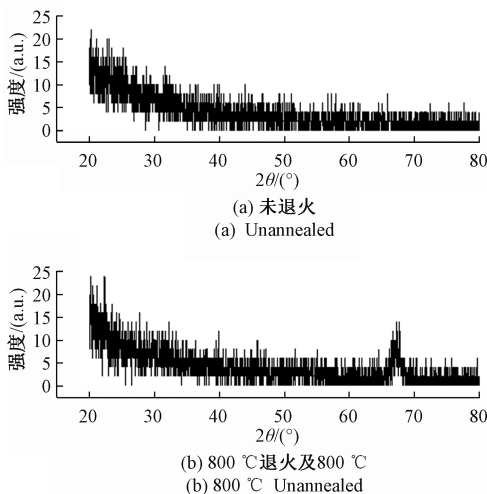


图 4 退火前后  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的 XRD 测量结果

Fig. 4 XRD measurements of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  films before and after annealing

用椭偏仪测量退火前后薄膜的厚度,退火前为 41.75 nm,退火后为 38.13 nm,表明退火会使  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的厚度产生变化,导致无法通过 ALD 循环次数来实现薄膜厚度的精确控制。使用 AFM 测量退火前后  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的表面形貌,如图 5 所示,未退火  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的  $R_q = 0.1$  nm,退火后薄膜  $R_q = 0.2$  nm,这种粗糙度的增大可能是由于晶粒的形核和长大,晶格失配导致的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  分子团簇所引起的。

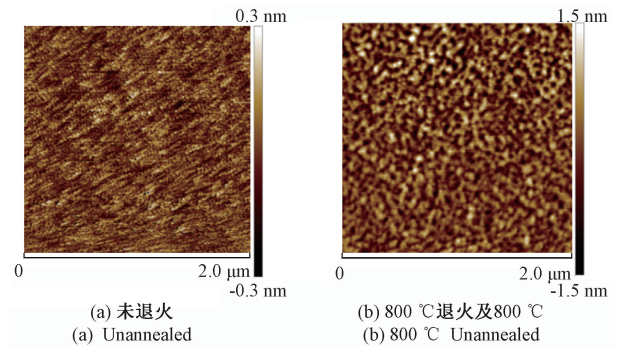


图 5 退火前后  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的 AFM 图像

Fig. 5 AFM images of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  films before and after annealing

综上所述,尽管退火会使  $\text{Al}_2\text{O}_3$  结晶,从而使台阶高度标准物质的耐磨性和耐腐蚀性增加,但也会使台阶高度的可控性变差,表面粗糙度增加,湿法刻蚀变得困难。因此基于台阶高度标准物质的质量需求,在综合考虑下,为了提高台阶高度均匀性及表面质量的可控性,使台阶上表面粗糙度仅复现基底粗糙度,在制备过程中不对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜进行退火。

## 2.5 刻蚀工艺优化

为了确定影响台阶表面粗糙度的关键工艺,对 ALD 前后和湿法刻蚀后样品的表面粗糙度进行了测量,如图 6 所示。硅片表面粗糙度小于 0.1 nm,表明基底质量较好。沉积薄膜后粗糙度依旧很小,在 0.1~0.2 nm 之间,表明  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜膜厚均匀性很好。但是在湿法刻蚀后,表面粗糙度迅速增大, $R_q$  达到了 0.7 nm,且此时的  $R_q$  值明显高于  $R_a$  值。 $R_a$  是在评定区域内相对中央平面所测高度偏差绝对值的算术平均值, $R_q$  是对应于  $R_a$  的均方根参数,结合 AFM 测量图像可知,湿法刻蚀后  $R_q$  明显高于  $R_a$  是由于刻蚀过程中引入了一些微小杂质。由于刻蚀工艺中样品需要较多地与光刻胶和化学试剂接触,表面质量容易恶化。因此刻蚀是控制标准物质质量的关键工艺,需要对刻蚀条件进行严格控制。

采用 60%  $\text{H}_3\text{PO}_4$  溶液对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  进行刻蚀。用椭偏仪测量刻蚀前后  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的厚度,得到  $\text{Al}_2\text{O}_3$  刻蚀速度为 0.23 nm/s。由于工艺参数可能存在一定波动,且

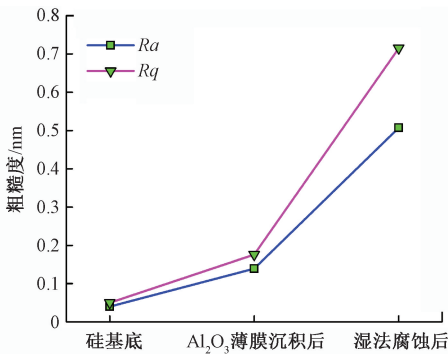


图6 每个工艺步骤后样品表面粗糙度的变化  
Fig. 6 Changes in surface roughness during each fabrication step

椭偏仪测量结果存在一定误差,为了保证完全刻蚀 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 以形成光滑底面,有必要进行适当的过刻蚀。为了确定最佳刻蚀时间,对 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜刻蚀不同的时间,然后用 AFM 测量刻蚀后样品下表面粗糙度。随着刻蚀时间增加,粗糙度  $R_a$  减小至约 0.07 nm,此时  $R_a$  几乎不再变化,波动范围小于 0.01 nm,台阶下表面粗糙度基本复现基底粗糙度,因此认为该刻蚀时间为最佳刻蚀时间。下表面粗糙度无法完美复现基底粗糙度的原因是一旦经过湿法处理,台阶表面还是会不可避免的残留一些杂质。

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜理论刻蚀时间与最佳刻蚀时间的关系如图 7 所示,二者近似成线性关系,斜率为 1.44,截距为 5.4 s,最佳刻蚀时间略大于理论刻蚀时间。因此,基于台阶高度,由刻蚀速度 0.23 nm/s 计算出理论刻蚀时间,再根据上述线性关系计算出最优刻蚀时间。采用该最优时间对台阶进行刻蚀,即可保证台阶下表面基本复现基底粗糙度,提高台阶定值准确性。

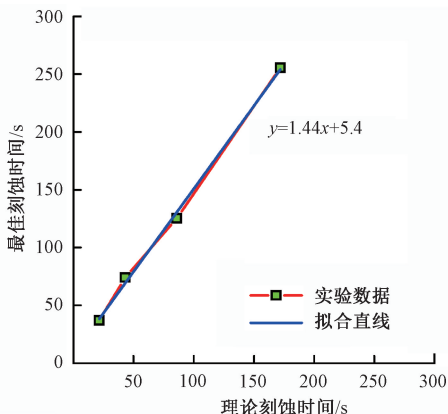


图7 理论刻蚀时间与最佳刻蚀时间的关系  
Fig. 7 Relationship between theoretical etching time and optimal etching time

### 3 纳米台阶高度标准物质的定值与一致性比对

#### 3.1 定值

根据上述研究中获得的最优工艺,研制出了公称高度为 5、10、20、40 nm 的纳米台阶高度国家一级标准物质系列,实物如图 8 所示。使用西安交通大学机械制造系统工程国家重点实验室的原子力显微镜 (Innova, Bruker 公司,美国)对台阶高度标准物质的高度进行了测量。测量在千级洁净度的超净室中进行,温度为  $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ ,湿度小于  $(40 \pm 5)\% \text{RH}$ 。4 种台阶的测量条件均相同:测量范围为  $60 \mu\text{m} \times 60 \mu\text{m}$ ,采样点数为  $512 \times 512$ ,测量模式为轻敲模式。测量策略为在台阶评定区域内等距测量 3 个位置,分别计算其高度值,取其均值作为最终测量结果。

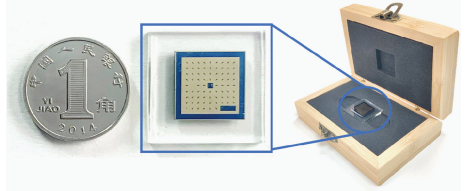


图8 标准物质实物图

Fig. 8 Photographs of step height reference material

由于受到压电陶瓷的非线性和爬行等的影响,AFM 测量平面时的扫描线并不是一条理想的直线,而是包含高次项成分的曲线。因此本文采用了基于多项式拟合的台阶高度评价算法对台阶原始测量数据进行了优化<sup>[16]</sup>。由于扫描轮廓的多项式分量会随着扫描仪的性能和扫描范围的不同而变化,所以多项式阶数需根据处理后台阶的高度和粗糙度具体情况来确定。计算发现,当多项式的拟合阶数提高至 8 阶时,台阶上下表面平行度较高,台阶高度值趋于稳定,粗糙度趋于稳定且小于 0.1 nm,表明台阶具有较高的表面质量。处理后的 5、10、20 和 40 nm 台阶高度标准物质的 AFM 三维测量图像如图 9 所示。

台阶边缘部分由于压电陶瓷的磁滞会有高度的突变,AFM 的闭环控制系统在该处不能及时响应,因此这部分测量数据并不能反映台阶的真实形貌。根据国家标准 GB/T 19067.1-2003/ISO 5436.1:2000 中规定,在计算台阶高度时需要排除台阶边缘左、右 1/3 栅线宽度区域内的数据,这要求扫描范围至少达到台阶宽度的 3 倍。但通过观察 AFM 的扫描数据可以发现只有台阶边缘处小部分测量数据有较大误差,因此本实验中只去除台阶左、右边缘处上下表面各 20 个扫描点的数据以及扫描图像左右两侧边缘 10 个数据点。左侧和右侧下表面的有效数据点数均为 98,中间部分的有效数据点数为 216,台

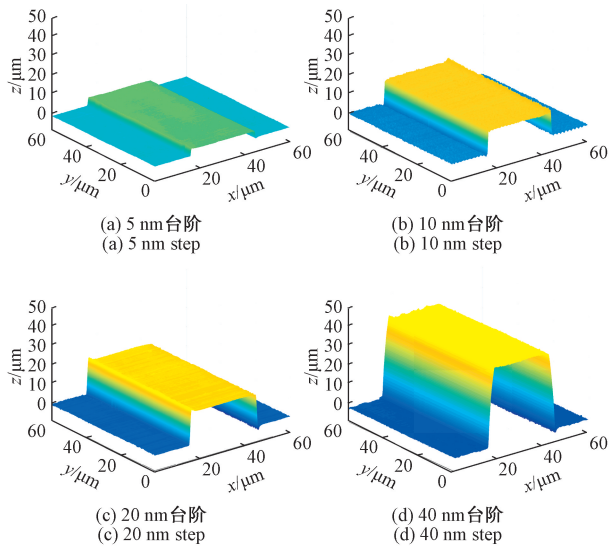


图 9 多项式拟合后的台阶高度标准物质 AFM 测量图

Fig. 9 AFM images of step height reference material after polynomial fitting

阶高度则为轮廓中间部分与边缘两侧有效测量数据的平均高度差。4 种规格的台阶高度评定结果如表 3 所示,平均高度即为标准物质最终的定值结果,分别为 6.4、10.7、21.2 和 40.2 nm。

表 3 台阶高度评定结果

Table 3 Evaluation results of step height nm

公称高度	位置 1 高度	位置 2 高度	位置 3 高度	平均高度
5	6.4	6.5	6.2	6.4
10	10.7	10.5	10.8	10.7
20	21.6	21.2	20.8	21.2
40	40.5	40.4	39.6	40.2

依据国家计量技术规范 JJF 1059.1—2012 对台阶高度测量值进行不确定度评定。纳米台阶高度测量结果由 AFM 扫描压电管  $z$  向驱动脉冲信号数  $Z_i$ 、每个脉冲代表的长度(即  $z$  向分辨率)  $L_c$ 、样品热胀冷缩系数  $C_t$  和样品倾斜校正系数  $C_l$  决定,因此 AFM 测量纳米台阶高度的数学模型如下:

$$H_i = Z_i L_c C_t C_l \quad (1)$$

其中,压电管  $z$  向驱动脉冲信号数  $Z_i$  即台阶的高度测量值,其不确定度包括均匀性引入的不确定度  $u_u$ 、重复性引入的不确定度  $u_r$ 、稳定性引入的不确定度  $u_s$ ,均按 A 类评定进行评定,通过标准偏差表征;仪器  $z$  向分辨率  $L_c$  的不确定度  $u_c$  主要由 AFM 扫描高度决定,根据 B 类评定进行评定,由仪器说明书得到 AFM 驱动位移精度典型值

为 1%,采用均匀分布处理,包含因子为  $\sqrt{3}$ ;样品热胀冷缩系数  $C_t$  的不确定度  $u_t$  由温度变化及样品材料决定,根据 B 类评定进行计算,测量期间温度变化不超过  $0.5^\circ\text{C}$ ,氧化铝的热膨胀系数约为  $7 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ,采用均匀分布处理,包含因子为  $\sqrt{3}$ ;样品倾斜校正系数  $C_l$  的不确定度  $u_l$  由倾斜校正角度决定,根据 B 类评定进行计算,采用均匀分布处理,包含因子为  $\sqrt{3}$ 。上述标准不确定度分量的灵敏系数均为 1。

台阶高度标准物质的合成标准不确定度为:

$$u_c = \sqrt{u_u^2 + u_r^2 + u_s^2 + u_c^2 + u_t^2 + u_l^2} \quad (2)$$

置信水平取 95%,近似认为包含因子  $k=2$ ,扩展不确定度为:

$$U = k u_c \quad (k = 2) \quad (3)$$

最终得到测量不确定度评定结果如表 4 所示。

表 4 台阶高度标准物质的测量不确定度评定结果

Table 4 Measurement uncertainty of step height reference material nm

不确定度来源	标准不确定度分量			
	5 nm 台阶	10 nm 台阶	20 nm 台阶	40 nm 台阶
均匀性	0.27	0.23	0.27	0.30
重复性	0.15	0.14	0.17	0.21
稳定性	0.53	0.48	0.68	0.77
仪器 $z$ 向分辨率	0.04	0.06	0.12	0.23
样品热胀冷缩	$2.2 \times 10^{-5}$	$3.7 \times 10^{-5}$	$7.4 \times 10^{-5}$	$1.4 \times 10^{-4}$
样品倾斜校正	0.03	0.02	0.05	0.05
合成不确定度 $u_c$	0.6	0.6	0.8	0.9
扩展不确定度 $U (k=2)$	1.2	1.2	1.6	1.8

### 3.2 质量评价与一致性比对

上述纳米台阶高度国家一级标准物质系列还采用中国计量科学研究所的毫米级纳米几何结构计量校准装置进行了均匀性、稳定性测试及定值,定值结果可直接溯源到米定义波长基准。通过方差分析法对样品进行了均匀性测试,通过  $t$  检验对样品进行了稳定性测试。根据测试结果可得,在 95% 置信区间内,标准物质的不同校准区域内台阶高度测量值差异较小,均匀性良好,且在为期一年的多个时间点(0 月、2 月、3 月、6 月、9 月、12 月)得到的测量结果稳定性良好<sup>[17]</sup>。根据国家标准 GB/T 19067.1—2003/ISO 5436.1:2000 的技术要求对标准物质进行了高度评定以及不确定度分析,定值结果如表 5 所示。



表5 台阶高度标准物质的定值结果一致性比对

Table 5 Consistency comparison of step height evaluation results

公称高度/nm	定值单位	定值结果/nm( $k=2$ )	$E_n$
5	XJTU	6.4±1.2	0.17
	NIM	6.6±1.2	
10	XJTU	10.7±1.2	0.06
	NIM	10.8±1.0	
20	XJTU	21.2±1.6	0.04
	NIM	21.3±2.0	
40	XJTU	40.2±1.8	0.22
	NIM	40.8±2.0	

为了验证标准物质的量值传递能力,利用  $E_n$  值<sup>[18]</sup> 评定 XJTU 的定值结果与 NIM 定值结果的一致性水平:

$$E_n = \frac{|x_{\text{XJTU}} - x_{\text{NIM}}|}{\sqrt{U_{\text{XJTU}}^2 + U_{\text{NIM}}^2}} \quad (4)$$

式中: $x_{\text{XJTU}}$  为 XJTU 评定的台阶高度值; $x_{\text{NIM}}$  为 NIM 评定的台阶高度值; $U_{\text{XJTU}}$  为 XJTU 评定结果的扩展不确定度; $U_{\text{NIM}}$  为 NIM 评定结果的扩展不确定度。

当  $|E_n| \leq 1$  时,结果一致性较好;当  $|E_n| > 1$  时,结果一致性较差,不可接受。根据此判据计算各标准物质的  $E_n$  如表5所示,可见所有的  $E_n$  都不超过0.22,因此本次比对结果一致性水平非常好。表明所研制的纳米台阶高度标准物质系列实现了不同测量仪器之间测量值的高水平比对测量,具有很强的量值传递能力。

## 4 结 论

针对我国亚50 nm台阶高度标准物质的空白尚未填补,且台阶高度及表面质量都均匀可控的亚50 nm台阶结构难以制备的问题,本文通过原子层沉积技术与湿法刻蚀工艺相结合的方法将薄膜厚度转化为台阶高度,成功研制了公称高度为5、10、20和40 nm,台阶材料为非晶态  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的纳米台阶高度标准物质系列。利用ALD技术的原子可控堆叠、自限制逐层沉积特点,通过确定氧源、循环次数等参数,精确控制了薄膜厚度,保证台阶高度标准物质良好的片内均匀性及批次内与批次间标准物质台阶高度的一致性;提出利用具有高刻蚀选择性的非晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜构建台阶的策略,保证台阶上表面粗糙度仅复现基底粗糙度,提高纳米台阶高度均匀性;通过确定最优刻蚀时间,实现台阶下表面粗糙度基本复现基底粗糙度的效果,提高台阶高度可控性。

通过定值研究,研制的亚50 nm台阶高度国家一级

标准物质的扩展不确定度不超过2.0 nm,且均匀性良好、在常温储存条件下稳定性可达到一年以上,可实现不同测量仪器之间测量值的高质量比对,在我国建立了亚50 nm高度实物基准。将来,该工艺方法还可以应用于晶圆级台阶高度标准物质的产业化批量生产,满足集成电路产线中多台AFM的在线校准需求,这将为半导体产业提供完善的计量保障,支撑我国纳米科技研究领域和半导体器件等相关产业的自主化发展。然而,我国5 nm以下台阶高度标准物质的空白仍需填补,这将是下一步的研究目标。

## 参考文献

- [1] LEMME M C, AKINWANDE D, HUYGHEBAERT C, et al. 2D materials for future heterogeneous electronics[J]. Nature Communications, 2022, 13(1): 1-5.
- [2] GUO B, SUN J, HUA Y, et al. Femtosecond laser micro/nano-manufacturing: Theories, measurements, methods, and applications[J]. Nanomanufacturing and Metrology, 2020, 3(1): 26-67.
- [3] IKUMAPAYI O M, AKINLABI E T, ADEOYE A O M, et al. Microfabrication and nanotechnology in manufacturing system-An overview [J]. Materials Today: Proceedings, 2021, 44: 1154-1162.
- [4] LIAO M. Progress in semiconductor diamond photodetectors and MEMS sensors [J]. Functional Diamond, 2022, 1(1): 29-46.
- [5] SEO M H, YOO J Y, JO M S, et al. Geometrically structured nanomaterials for nanosensors, NEMS, and nanosieves[J]. Advanced Materials, 2020, 32(35): 1907082.
- [6] WHITEHOUSE D J. Nanometrology [J]. Contemporary Physics, 2008, 49(5): 351-374.
- [7] 蒋庄德, 景蔚莹. 纳米测量及纳米样板[J]. 纳米技术与精密工程, 2004, 2(1): 16-19.  
JIANG ZH D, JING W X. Nano-scale measurement and reference materials [J]. Nanotechnology and Precision Engineering, 2004, 2(1): 16-19.
- [8] 高思田, 李琪, 施玉书, 等. 我国微纳几何量计量技术的研究进展[J]. 仪器仪表学报, 2017, 38(8): 1822-1829.  
GAO S T, LI Q, SHI Y SH, et al. Research progress of China's micro/nanometer geometric quantity metrology technology[J]. Chinese Journal of Scientific Instrument, 2017, 38(8): 1822-1829.
- [9] 崔建军, 高思田. 基于X射线掠射法的纳米薄膜厚度计量与量值溯源研究[J]. 物理学报, 2014, 63(6): 113-120.

- CUI J J, GAO S T. Nanometer film thickness metrology and traceability based on grazing incidence X-ray reflectometry[J]. *Acta Physica Sinica*, 2014, 63(6): 113-120.
- [10] 王梅玲, 关敏灏, 王海, 等. 纳米标准物质研究进展[J]. *化学试剂*, 2014, 36(9): 819-823.  
WANG M L, GUAN CH H, WANG H, et al. Progress of nano certified reference materials [J]. *Chemical Reagents*, 2014, 36(9): 819-823.
- [11] BAHARI H S, SAVALONI H. Surface analysis of Cu coated with ALD  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and its corrosion protection enhancement in NaCl solution: EIS and polarization[J]. *Materials Research Express*, 2019, 6(8): 086570.
- [12] WANG C, PU J, LI L, et al. Effect of the different substrates and the film thickness on the surface roughness of step structure [C]. 2021 IEEE 16th International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (NEMS), IEEE, 2021: 47-50.
- [13] WANG C, YANG S, JING W, et al. Fabrication of nanoscale step height structure using atomic layer deposition combined with wet etching [J]. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 2015, 29(1): 1-7.
- [14] 王琛英, 杨树明, 李常胜, 等. 基于原子层沉积的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜微观形貌研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2015, 44(12): 3078-3082.  
WANG CH Y, YANG SH M, LI CH SH, et al. Morphology of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  film fabricated by atomic layer deposition[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2015, 44(12): 3078-3082.
- [15] 谭娜, 段淑卿, 张庆瑜. 退火温度对 Er/Yb 共掺  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的光致荧光光谱的影响[J]. *物理学报*, 2005, 54(9): 4433-4438.  
TAN N, DUAN SH Q, ZHANG Q Y. Influence of annealing temperature on the luminescence of Er/Yb co-doped  $\text{Al}_2\text{O}_3$  films [J]. *Acta Physica Sinica*, 2005, 54(9): 4433-4438.
- [16] YANG S, LI C, WANG C, et al. A sub-50 nm three-step height sample for AFM calibration[J]. *Measurement Science and Technology*, 2014, 25(12): 125004.
- [17] 施玉书, 李伟, 余茜茜, 等. 基于原子力显微术的 5 nm 台阶高度标准物质溯源与定值技术研究[J]. *仪器仪表学报*, 2020, 41(3): 79-86.  
SHI Y SH, LI W, YU X X, et al. Research on the traceability and characterization technology of 5 nm step height reference material based on atomic force microscopy[J]. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 2020, 41(3): 79-86.
- [18] STEELE A G, DOUGLAS R J. Extending En for measurement science [J]. *Metrologia*, 2006, 43(4): S235.

### 作者简介



张雅馨, 2019 年于西安交通大学获得学士学位, 现为西安交通大学博士研究生, 主要研究方向为微纳制造技术。

E-mail: zhangyaxin@stu.xjtu.edu.cn

**Zhang Yaxin** received her B.Sc. degree from Xi'an Jiaotong University in 2019. She is currently a Ph.D. candidate at Xi'an Jiaotong University. Her main research interests include micro and nano manufacturing technology.



王琛英(通信作者), 1999 年于西安交通大学获得学士学位, 2005 年于西安交通大学获得硕士学位, 2014 年于西安交通大学获得博士学位, 现为西安交通大学高端制造装备协同创新中心副研究员, 主要研究方向为微纳制造、微纳计量技术。

E-mail: wangchenying@mail.xjtu.edu.cn

**Wang Chenying** (Corresponding author) received her B.Sc. M.Sc and Ph.D. degree from Xi'an Jiaotong University in 1999, 2005 and 2014. She is currently an associate researcher at the Collaborative Innovation Center of High-End Manufacturing, Xi'an Jiaotong University. Her main research interests include micro and nano manufacturing technology, and micro and nano metrology technology.