



评述

基于原子力显微镜的三维表面多参数检测技术

耿俊媛^{1,2}, 张号^{2*}, 孟祥和², 谢晖², 赵新^{1*}

1. 南开大学机器人与信息自动化研究所&天津市智能机器人技术重点实验室, 天津 300350;

2. 哈尔滨工业大学机器人技术与系统国家重点实验室, 哈尔滨 150080

* E-mail: haoz@hit.edu.cn; zhaoxin@nankai.edu.cn

收稿日期: 2024-01-17; 接受日期: 2024-09-09; 网络版发表日期: 2024-12-10

国家自然科学基金项目(批准号: 62027812, 62333012, 61925304, 62403257)资助

摘要 三维微纳电子器件因其结构紧凑、功能密度高等特点, 逐渐成为主流的半导体元件形式, 实现三维微纳表面多参数量化分析是控制三维器件功能质量的关键. 原子力显微镜具备高分辨率力反馈成像能力, 是实现微纳表面形貌、电学和力学特性同步检测的重要工具. 本文综述了基于原子力显微镜的三维表面多参数检测技术, 首先介绍了原子力显微镜微纳表面形貌、电势和力学特性检测原理; 随后归纳了近年来基于原子力显微镜的三维表面形貌测量方法, 讨论了各类三维表面形貌检测技术的优缺点, 并总结了当下已开发的三维表面电势表征方法和三维表面纳米力学特性表征方法, 分析了三维表面电学与力学特性测量的必要性. 最后, 对三维表面多参数检测技术的发展方向及其所面临的挑战进行了展望和简要概括. 本文所概述的原子力显微镜三维表面多参数检测方法将为推动三维微纳电子器件功能机理问题研究提供强大的技术支持.

关键词 三维微纳电子器件, 原子力显微镜, 三维表面形貌, 三维表面电势, 三维表面纳米力学特性

1 引言

近年来, 大规模集成电路飞速发展, 为适应集成电路的高功能密度需求, 半导体器件尺寸日益缩小. 蓬勃崛起的微纳米级半导体制造工艺, 深刻地改变了航空航天、交通运输、军事装备、医疗卫生等多个领域的运行方式^[1~5]. 然而, 摩尔定律指导下的半导体电路集成度现已接近极限, 微小尺寸下出现的不良短沟道效应和泄漏电流问题, 严重制约了传统平面式微纳器件结构的应用^[6,7]. 尽管如此, 高性能芯片的发展并未停滞, 反而出现了一种“超越摩尔”的新趋势. 微纳器

件架构正从平面式向三维立体式转变, 二维化扩展正在逐渐过渡至异构集成. 随着三维微纳结构的引入与应用, 集成电路的发展或将进入一个全新的时代.

三维堆叠封装技术是扩展半导体电子芯片空间的重要手段. 利用技术将不同功能的二维芯片层层堆叠, 在叠层之间建立垂直硅通孔信号通路, 再通过封装制造得到具有高集成度的存储、逻辑和传感器等三维微纳器件^[8,9]. 在这个过程中, 叠层材料之间受晶格方向、能量状态等多种因素的影响, 可能出现各种新颖的物理和化学相互作用, 从而产生非凡的电子行为, 这对改善电子设备的运行速度、寿命和能效等性能参

引用格式: 耿俊媛, 张号, 孟祥和, 等. 基于原子力显微镜的三维表面多参数检测技术. 中国科学: 技术科学, 2024, 54: 2221–2254

Geng J Y, Zhang H, Meng X H, et al. Three-dimensional multi-parametric surface detection technology based on atomic force microscopy (in Chinese). Sci Sin Tech, 2024, 54: 2221–2254, doi: 10.1360/SST-2024-0022

数至关重要. 研究表明, 三维微纳结构表面特性的波动变化与器件性能密切相关^[10-13]. 为深入探究集成式三维微纳器件的功能特性并阐述微纳器件叠层间的机理变化, 发展可靠的三维表面多参数检测技术, 实现三维微纳表面特性定量表征十分必要.

在微纳米尺度下, 传统二维表面特性表征方法难以充分反映三维微纳器件结构间的表面和界面效应. 三维表面多参数检测技术研究对三维微纳器件结构优化、新功能开发与性能改良具有重要意义. 通过实时监测表面特性变化, 能够及时调整三维微纳器件制造的工艺参数, 避免缺陷产生, 从而提高生产效率, 降低生产成本. 精确的表面特性数据能够帮助工程师优化器件设计, 改善性能. 例如, 在微机电系统(micro-electro-mechanical system, MEMS)中, 表面粗糙度对器件性能影响显著, 通过调整工艺参数, 优化表面特性, 可以提高器件的灵敏度和稳定性. 此外, 三维微纳表面多参数检测可以辅助评估不同材料的表面特性, 为器件材料选择提供依据. 通过选择合适的材料, 可以有效提升器件的基本性能与寿命. 三维微纳表面多参数检测技术在半导体电子芯片开发以及生物医学、材料科学、能源工程等诸多领域具有广阔的应用前景, 其在器件制造和器件性能优化方面的重要性不可忽视, 是未来微纳技术领域关键研究方向之一.

三维微纳表面多参数检测主要涵盖了对三维表面形貌、三维表面电势和三维表面纳米力学特性的综合测量方法, 目前三维表面形貌测量方法的发展较为完善, 但针对三维表面电势表征与三维表面纳米力学特性表征的技术探索十分有限. 典型的三维表面形貌测量方法包括共聚焦激光扫描显微镜^[14,15]、扫描电子显微镜三维表面形貌检测方法^[16,17]、透射电子显微镜三维表面形貌检测方法^[18,19]、光干涉测量^[20,21]、小角度X射线散射测量^[22,23]与原子力显微镜三维表面形貌检测方法(3D surface topography detection method based on atomic force microscopy, 3D ST-AFM)^[24,25]. 为进一步提高测量结果的准确性, 通常采用多种计量方法对三维微纳器件的表面形貌进行综合评估^[26].

在上述方法中, 光学测量快速无损, 但测量分辨率低, 需要严格的建模或先验信息, 模型差异直接影响测量准确性, 且只可获得二维图像结果, 难以客观度量侧壁形貌变化. 扫描电子显微镜和透射电子显微镜均具有纳米级高分辨率和快速成像能力, 但其测量过程受

设备噪声影响大, 高能量电子束会对光刻胶器件的本质属性造成严重损坏, 只能自顶向下二维成像, 所获取图像数据的灰度像素值与形貌之间相关性弱, 不适用于具有外悬、底切等特殊结构的三维微纳器件检测, 且需要严格的真空测试环境, 成本较高. 相比于这类自上而下成像测量方法, 3D ST-AFM利用具有纳米级针尖的探针传感器进行检测, 能够更好地适应三维微纳器件中底切、突出或凹入侧壁结构的形貌测量, 具有原子级高分辨率测量性能, 对样品损伤小, 可适应真空、空气甚至液体等多种复杂操作环境. 基于上述优势, 近年来, 3D ST-AFM技术获得多元化开发, 由此衍生出了诸多形式的三维微纳表面形貌测量方法, 主要包括倾斜样品、倾斜探针以及构建特殊探针三大类型, 这些技术的创新与优化为三维微纳电子工艺改良提供了必要的检测手段, 推动了半导体产业的长足发展.

综上所述, 原子力显微镜(atomic force microscopy, AFM)技术具有纳米级测量分辨率, 可改造性高, 灵活性好, 空间成像能力强大, 是目前具有较强可开发潜力的三维微纳表面多参数检测技术. 但其应用广泛性仍受到纳米级尖端易损、针尖几何卷积误差难解耦、成像速度慢等问题的制约, 基于AFM的三维表面电势与三维表面力学特性表征技术的研发处于起步阶段.

本综述主要就当下基于AFM的三维表面多参数检测技术的发展现状进行了总结和讨论. 首先, 介绍了AFM进行微纳表面形貌、电势和力学特性表征的工作原理. 然后, 重点对基于AFM的三维表面形貌测量方法进行了技术分析, 归纳了不同方法的应用特点. 接着, 概述了三维微纳表面电势与三维微纳表面力学特性表征方法的研究现状, 并简析了其开发必要性. 最后, 论述了三维微纳表面多参数检测技术的发展局限性与应用前景.

2 典型的扫描探针显微镜技术

扫描探针显微镜(scanning probe microscopy, SPM)是一项高分辨率显微镜技术, 能够利用纳米级探针尖端与样品之间的相互作用, 在原子和分子尺度上观察物质的表面纹理和性质. 扫描隧道显微镜(scanning tunneling microscopy, STM)和AFM是两种最常见的SPM技术. STM通过测量电子从探针尖端运动到样品

表面产生的量子隧道电流来实现成像, 适用于导电材料, 具有原子级分辨率. AFM通过测量探针尖端与样品之间的范德华力来实现成像, 适用于绝缘体、半导体、生物分子等几乎所有材料, 可用于测量力学性质、磁性、电学性质等. 随着时间的推移, 研究人员不断发展了各种SPM技术^[27], 包括磁力显微镜(magnetic force microscopy, MFM)、扫描电化学显微镜(scanning electrochemical microscopy, SECM)、导电原子力显微镜(conductive atomic force microscopy, CAFM)、开尔文探针力显微镜(Kelvin probe force microscopy, KPFM)、定量纳米力学原子力显微镜(quantitative nanomechanical atomic force microscopy, QNM-AFM)等, 用于研究不同材料样品的多重属性. 本节主要介绍AFM的形貌测量原理、KPFM的表面电势表征原理以及QNM-AFM的力学特性表征原理.

2.1 原子力显微镜

1986年, Binnig等人^[28]提出一种利用具有纳米级尖端的探针感知微纳样品表面轮廓起伏的测量工具, 命名为原子力显微镜. 该方法基于针尖与样品间相互作用力反馈进行微纳形貌测量, 突破了样品导电性的限制, 适用于绝缘体、半导体等多种材料, 具有原子级测量分辨率. 自发明以来, AFM技术被广泛应用于物理、化学、生物工程等研究领域^[29].

原子力显微镜系统主要由力检测装置、位移检测装置以及反馈控制模块组成, 图1为AFM系统结构示意图. 其中, 力检测装置的主体是微悬臂探针. 作为微力传感器, 微悬臂探针通常由硅片或氮化硅薄膜材料制成, 它的主要作用是用于感知样品表面与探针之间的相互作用力并反馈探针悬臂的变形位移. 当微悬臂探针针尖与样品表面之间产生相互作用时, 受针尖-样品相互作用力影响, 悬臂会产生弯曲或振动, 这些变化量与样品表面性质相关联. 通过监测悬臂的变化, 可以获得被测样品的表面信息, 包括形貌、硬度、黏附力等.

在测量过程中, 探针针尖与待测样品表面之间的距离与二者之间相互作用力的大小存在相关性,

图2为AFM系统中针尖与样品表面之间相互作用力大小随其间距变化曲线示意图. 当针尖距离样品表面较远时, 二者之间的相互作用表现为吸引力. 随着间距缩小, 排斥作用开始出现, 此刻吸引力力梯度值达到

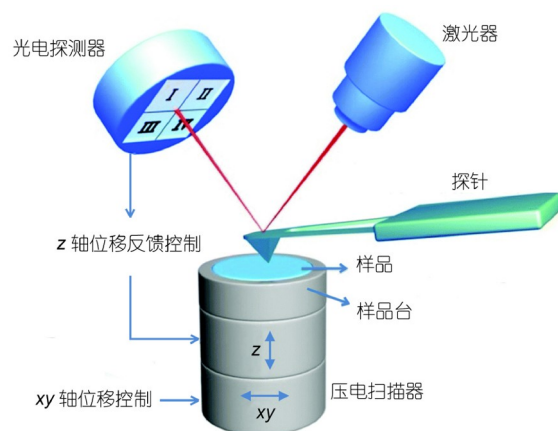


图1 (网络版彩图)AFM系统配置结构示意图^[30]

Figure 1 (Color online) Schematic of AFM system configuration [30]. Copyright©2018, Shiraz University.

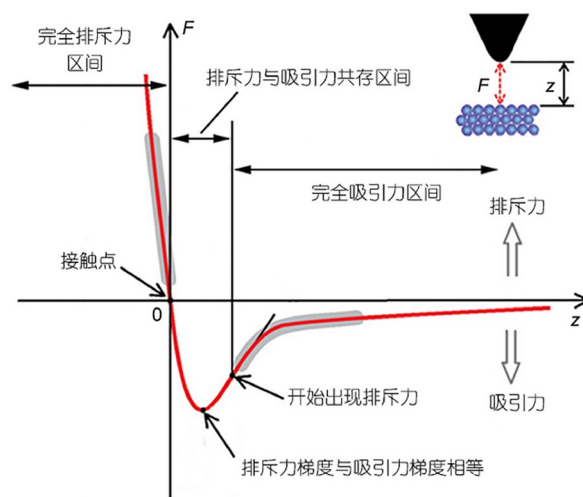


图2 (网络版彩图)针尖与样品间相互作用力随间距变化示意图^[31]

Figure 2 (Color online) Schematic of the interaction force between tip and sample as a function of distance [31]. Copyright©2007, Université Joseph Fourier.

最大, 随后排斥力与吸引力两种相互作用同时存在. 当吸引力和排斥力的变化速率相等时, 增加的排斥力与增加的吸引力相互抵消, 吸引力达到最大值. 随着间距进一步缩小, 增加的吸引力将不再能补充增加的排斥力, 排斥力作用开始占领上风, 吸引力作用逐渐被削弱. 在针尖与样品表面接触之后, 即间距为零的时刻, 吸引力作用完全消失, 针尖与样品表面之间的相互作用表现为完全排斥力.

样品表面深浅不一、参差不平的形貌起伏, 会造成针尖与样品之间的距离持续变化, 改变相互作用力大小, 不同相互作用力下探针微悬臂形变不同. AFM系统通过采集探针微悬臂形变量, 完成对样品表面形貌等信息的表征. 微悬臂探针是AFM系统中的传感器和执行器, 是AFM工作中的核心角色.

在AFM系统中, 微纳位移检测方式多种多样, 通过将探针与样品表面间的相互作用转换为电信号, 实现信号传感反馈. 这些检测方式包括光杠杆检测、压电传感检测、压阻传感检测、光纤干涉检测、隧道电流检测等, 表1总结了上述检测方式的工作原理. 其中, 光杠杆检测方式易于实现和操作, 被广泛应用于绝大多数商用AFM系统中. 光杠杆位移检测装置通常由激光器和光电位置探测器构成, 负责将微悬臂探针形变量转换为电压信号, 图3为光杠杆位移检测原理示意图.

激光器输出激光, 投射于探针微悬臂前端, 形成数十微米大小的光斑, 经微悬臂表面反射与透镜聚焦后, 投射于光电位置探测器中心. 光电位置探测器包含四个象限, 对应四条电流输出通路. 在测量过程中, 针尖与样品表面间相互作用力导致微悬臂反射面变形, 进一步改变了激光光斑投射在光电探测器上的位置, 随后这种光斑位置的变化会被转换为4个象限对应输出电流的变化. 依据相关法则计算测量过程中产生的电流变化, 可以间接得到探针微悬臂形变量^[32], 从而得到针尖与样品表面之间相互作用力(针尖所受法向力或侧向力)的大小, 完成样品表面信息表征.

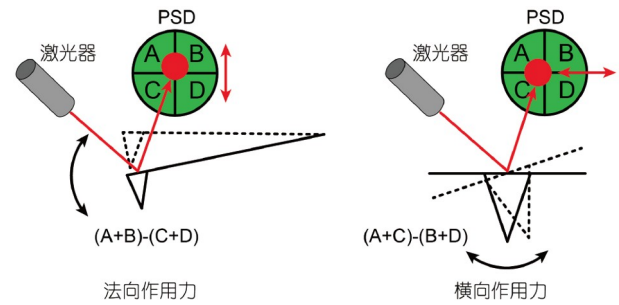


图3 (网络版彩图)光杠杆位移检测原理示意图
Figure 3 (Color online) Schematic of the optical lever displacement detection device.

AFM系统中的反馈控制模块负责维持探针与样品表面之间的稳定距离, 以便进行高分辨率成像和力测量. 位移检测装置输出的电信号经上位机处理, 转换为探针微悬臂实际变形与期望变形之间的差值. 随后利用反馈控制模块进行位移误差补偿, 即通过实时调整样品与针尖之间的距离, 使微悬臂形变保持恒定, 始终维持在其设定值大小. 逐点记录待补偿的位移误差, 即可完成样品表面形貌扫描成像. 为精准调控针尖与样品之间的距离, 需要在AFM系统中集成配置纳米定位平台, 并通过上位机控制纳米定位台运动, 实现对上述位移误差的即时补偿. 在适用于小区域样品(通常不超过10 mm×10 mm)检测的AFM系统中, 多将样品台与纳米定位台配置为一体; 而在适用于大区域样品检测的AFM系统中, 则多将探针与纳米定位台配置为一体, 以保证成像速度与成像质量^[33].

表1 AFM系统检测方式
Table 1 AFM system detection methods

检测方式类型	工作原理
光杠杆检测方式	使用激光束照射在探针悬臂梁反射面, 激光束反射到位置敏感探测器(PSD)上. 当悬臂梁变形时, 反射激光光斑在PSD上的位置发生变化. PSD将反射面上的激光光斑位置变化转换为电信号, 反映探针悬臂的形变. 灵敏度高, 易于实现, 广泛适用于各种AFM模式.
压电传感检测方式	采用压电材料制备探针或将压电材料制成的传感器固定在探针悬臂梁上. 当悬臂梁弯曲或扭转时, 压电材料产生机械应变, 导致其内部电荷分布变化. 压电传感器将应变重点和变化转换为电信号, 反映探针悬臂的形变. 具有高灵敏度和良好的频率响应, 适用于需要快速响应的应用场景.
压阻传感检测方式	探针悬臂梁上集成压阻元件, 当悬臂梁变形时, 压阻元件电阻发生变化. 通过测量电阻变化, 转换为电压或电流信号变化, 可以反映悬臂的形变. 具有高灵敏度和良好的稳定性, 广泛适用于多种材料的表面检测.
光纤干涉检测方式	将光纤末端与悬臂梁连接形成干涉通路, 利用激光反射后形成干涉图样的变化, 检测悬臂梁的形变, 具有较高的灵敏度和测量分辨率. 与光杠杆检测方式相比, 更适用于空间受限和需要高灵敏度测量的场景.
隧道电流检测方式	在导电探针和导电样品之间施加电压, 当探针接近样品表面时, 隧道电流发生变化. 通过测量隧道电流的变化, 可以转换得到探针与样品之间的距离信息. 在极小的距离内具有高灵敏度, 适用于导电样品的表面形貌检测.

根据测量时探针与样品之间的相互作用力属性, 可以将AFM分为以下3种工作模式^[31]:

(1) 接触模式. 图4(a)为AFM接触工作模式的原理示意图, 在此模式下针尖与样品表面处于完全接触状态, 二者间距为负, 相互作用力全部表现为排斥力. 接触模式是在图2中的完全排斥力区域下执行测量. 根据胡克定律, 探针悬臂梁的静态变形量与探针和样品之间的相互作用力成正比, 样品表面信息通过探测微悬臂静挠度得到. 由于针尖与样品表面完全接触, 该模式具备原子级测量分辨率. 但是过近的接触也使得摩擦力作用增强^[34], 从而极易造成针尖的磨损与样品表面的损伤, 因此, 该模式不适用于杨氏模量较低的软样品, 如细胞等生物样品.

(2) 非接触模式. 图4(b)为AFM非接触工作模式的原理示意图, 在这种测量模式下, 探针与样品之间存在微小间距, 相互作用力中排斥力与吸引力共存, 整体表现为吸引力. 通常由压电驱动器以接近探针固有频率的电压激振探针, 微悬臂受激励作用产生一定的振动幅度. 非接触模式是在图2中完全吸引力区域下执行测量, 通过探针振动的振幅、相位或共振频率的变化计算相互作用力的大小. 由于针尖与样品之间存在的微小间距, 非接触工作模式有效减小了针尖与样品间的摩擦力, 避免了针尖与样品在相互作用过程中的损伤, 通常适用于分子或生物细胞等软样品的测量. 但是, 也是由于间距的存在, 相对接触模式而言该模式下的测量稳定性更容易被外界环境或样品表面状态干扰, 成像分辨率也因此受到一定的限制.

(3) 轻敲模式. 在接触与非接触模式优缺点的比较之下, 轻敲模式应运而生. 考虑到成像分辨率以及摩擦力破坏性的影响等因素, 结合上述两种模式工作原理, 在针尖与样品间距为零的附近区域下执行测量, 即在完全排斥力与完全吸引力的过渡区域下测量, 图4(c)为AFM轻敲工作模式的原理示意图. 在此模式下, 微悬臂探针将由压电驱动器激励, 在其固有频率下产生共振运动. 激励效果允许振动的探针针尖在产生最大挠度的时刻接触被测表面, 仅在这一时刻, 针尖和表面之间存在着直接的机械接触和强大的斥力作用, 其余振动范围内针尖均脱离样品表面, 由此可将摩擦力的影响最小化, 同时有效保证测量分辨率. 由于接触时间很短, 极大地避免了针尖磨损. 与非接触模式的信号采集原理类似, 通过检测探针振动的振幅、相位

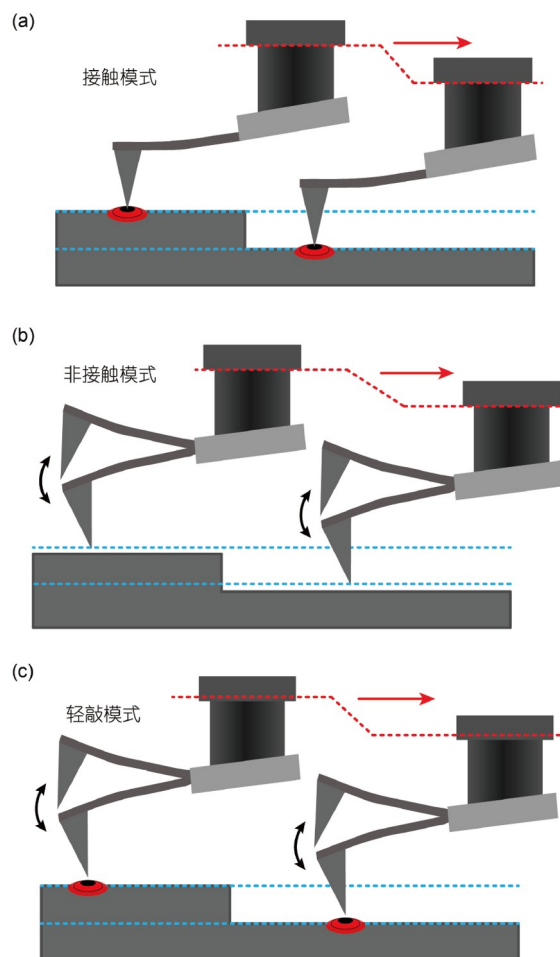


图4 (网络版彩图)AFM基本工作模式原理示意图^[31]. (a) 接触模式; (b) 非接触模式; (c) 轻敲模式

Figure 4 (Color online) Schematic of the AFM working modes. (a) Contact mode; (b) non-contact mode; (c) tapping mode ^[31]. Copyright©2007, Université Joseph Fourier.

或共振频率的变化, 获得针尖与样品间的相互作用力大小, 样品表面信息的表征也由此实现.

在非接触和轻敲模式下, 探针需由压电驱动器激振, 在探针振动状态下完成形貌测量, 而接触模式下的探针则无需被激振. 根据探针在测量过程中是否处于振动状态, 可将AFM分为动态和静态测量. 静态AFM测量对应接触模式, 其测量原理较为简单: 根据胡克定律, 针尖与样品间相互作用力与探针悬臂变形呈正相关性, 维持探针微悬臂变形恒定, 由位移反馈补偿值获得样品表面轮廓变化. 动态AFM测量对应非接触和轻敲模式, 其信号处理过程相对复杂: 探针振动振幅、相位以及频率等参数与针尖和样品之间相互作

用力大小直接相关^[35], 根据处理信号类型可以再将动态AFM分为调幅AFM(amplitude modulation, AM-AFM)和调频AFM(frequency modulation, FM-AFM)两种模式. AM-AFM测量下控制恒定频率电压驱动下被激振悬臂振幅的变化, 而FM-AFM测量下控制被激振悬臂频率的变化.

1986年, Martin等人^[36]首次提出AM-AFM技术, 图5为AM-AFM系统结构示意图. 在AM-AFM工作过程中, 压电驱动器采用具有恒定振幅和频率的驱动电压激振微悬臂探针, 为提高系统成像信噪比, 通常选取探针某阶固有频率作为驱动电压频率(激振频率), 由此可使得微悬臂探针在共振条件下产生最大振动振幅, 从而更好地反馈针尖与样品间作用力的变化.

在测量过程中, 随着针尖与样品之间距离的缩小, 受针尖-样品相互作用力影响, 探针在激振频率下的振动振幅出现衰减. 光电位置探测器将反映微悬臂变形的电信号输入锁相放大器, 锁定对应激振频率下悬臂梁振幅值. 上位机将实际振幅值与期望振幅值进行比较, 将处理后的误差值输入纳米定位台位置控制器中, 执行探针与样品间的位移误差补偿, 在这个过程中, 悬臂振动振幅被重新调整至设定值, 完成反馈调制. 振幅设定值依据所期望的相互作用力大小和自由振动振幅

值进行选择, 通常将其设定为动态激振下探针自由振动振幅的60%~80%. 振幅设定值过大, 会导致针尖与样品间工作距离过近, 增大尖端折损风险. 振幅设定值过小, 针尖与样品间工作距离过远, 容易导致探针脱离动态测量时的相互作用力区间, 影响测量结果准确性. 在实际操作中, 需要根据测量效果实时判断振幅设定值的合理性.

1990年, Albrecht等人^[37]开发了FM-AFM技术, 图6为FM-AFM系统结构示意图. 与AM-AFM不同的是, 在FM-AFM工作过程中, 需要集成两条反馈回路: 一条反馈回路用于保持振动振幅的恒定, 一条反馈回路用于采集并补偿频率变化. 针尖与样品之间的相互作用力等效于一个附加弹簧, 探针振动频率可表示为公式(1):

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k - \frac{\partial F_{\text{int}}}{\partial z}}{m}}, \quad (1)$$

式(1)中, k 表示探针的等效刚度值, m 表示探针的等效质量, $\partial F_{\text{int}} / \partial z$ 表示针尖与样品间相互作用力梯度值.

由公式(1)可知, 针尖与样品间的相互作用力会导致探针振动频率偏移, 针尖与样品之间的相互作用力可映射为探针振动频率的变化量. 在控制振幅恒定不变的前提下, 以补偿频率偏移量为目标, 通过移动纳

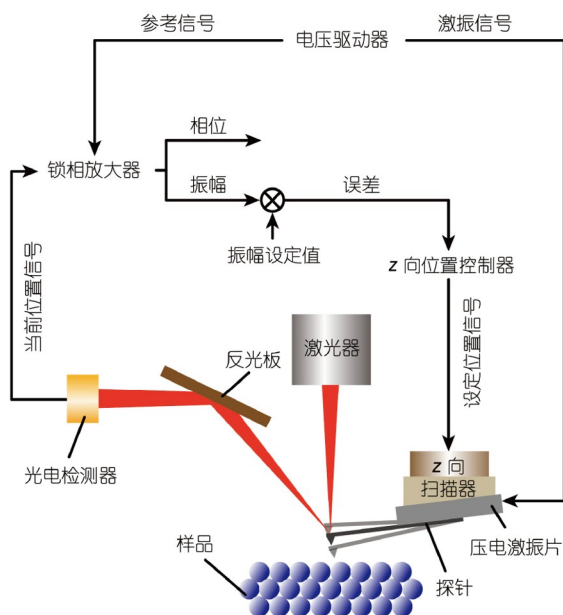


图5 (网络版彩图)AM-AFM系统结构示意图^[31]

Figure 5 (Color online) Schematic of the AM-AFM system [31]. Copyright©2007, Université Joseph Fourier.

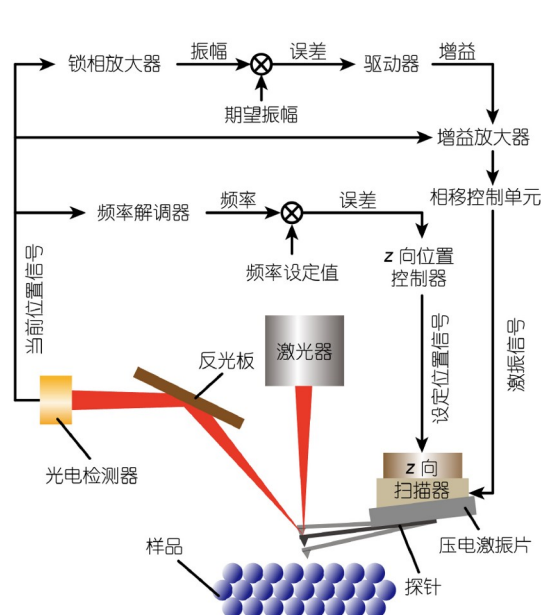


图6 (网络版彩图)FM-AFM系统结构示意图^[31]

Figure 6 (Color online) Schematic of the FM-AFM system [31]. Copyright©2007, Université Joseph Fourier.

米定位台调整探针与样品间的距离, 维持振动状态不变, 完成反馈调制. 其间, 振动频率设定值通常指定为探针的某阶固有频率, 即自由振动时的工作频率(激励频率), 振幅大小通常指定为自由振动振幅. 相对AM-AFM而言, FM-AFM是基于力梯度变化执行反馈调制, 因此具有更快的调制速度以及更高的测量灵敏度与成像分辨率, 但同时也更容易受到设备噪声的干扰.

2.2 开尔文探针力显微镜

1898年, Kelvin^[38]通过一个金箔验电器发现固定在绝缘轴上的铜板和锌板导电接触后再分开会产生一定数量的电荷, 指出是由于不同材料之间存在功函数不同的属性差异, 从而导致了这一现象的发生. 功函数是描述固体内部电子逃逸难易程度的物理量, 表示固体内部一个电子移动到固体表面所需最小能量, 也可以解释为将一个电子从费米能级(E_f)移至真空(E_{vac})所需的能量, 以eV为单位, 表示物体捕捉电子的能力^[39]. 功函数的概念多存在于金属固体中, 对于非金属固体, 常用接触电势代替. 当两个不同材质的导体或者半导体之间实现电连接时, 电子会由功函数较低的一端流向功函数较高的一端, 最终稳定在两个物体费米能级相平的状态. 图7为上述过程的能量电荷分布示意图.

将具有不同材料属性的固体材料制作成平行板电容器, 并实现电气连接, 电子移动使得两个平行板表面上感应出数量相等且正负相反的电荷, 由此, 两个平行板表面之间就会形成所谓的接触电势差 U_{CPD} , 即表面电势差. 若此时在连接电路中加入外置直流电压 U_{DC} , 调节电压大小使得 $U_{DC}=U_{CPD}$, 重新拉平真空能级, 即可通过检测外置直流电压的大小获得两平行板材料之

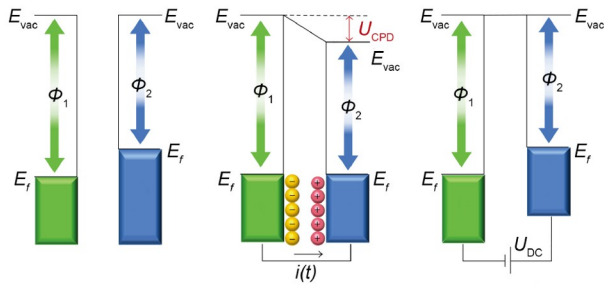


图7 (网络版彩图)能量电荷分布示意图^[40]

Figure 7 (Color online) Schematic of the energy and charge distribution^[40]. Copyright©2016, Hindawi.

间的接触电势差, 进而推导得到材料之间的功函数差值. 假设一方材料功函数为已知量, 则另一方未知材料的功函数可测. 利用该原理可以检测多种材料的功函数属性, 对于深入研究材料电学性能具有重大意义. 这就是开尔文技术的开端.

1932年, Zisman^[41]提出了振动电极技术和“归零”的概念. 使用电极代替金属平行板在样品表面上垂直振动, 此时宏观电极的尖端表面与样品表面代替了上述电容器中两平行极板, 形成局部平行板电容器. 其中, 振动电极的材料已知, 而待测样品的功函数未知, 为实验测量对象. 利用振动电极实现对样品局部区域材料功函数的测量, 是开尔文技术在开尔文方法基础上的进一步发展, 图8为开尔文振动电极技术测量原理示意图.

在电极振动过程中, 电极与样品之间的距离不断变化, 电极与样品之间的电容值随距离变化产生波动, 电路中电荷随电容变化开始运动并产生交流电流. 为实现接触电势差测量, 电路中加入外置调节直流电压单元, 所产生交流电流可表示为公式(2):

$$i(t) = (U_{CPD} - U_{DC})\omega_v \Delta C \cos \omega_v t, \quad (2)$$

式(2)中, U_{CPD} 表示电极与样品间的接触电势差, U_{DC} 表示外置调节的直流补偿电压, ω_v 表示电极振动的角频率, ΔC 表示电极与样品间的电容变化量.

由公式(2)可知, 当随电极振动产生的交流电流接近于零或者在理想情况下达到零时, 即“归零”时刻, 外置调节直流电压与电极-样品表面间接触电势差相等. 若已知振动电极功函数, 则待测样品的功函数可表示为公式(3):

$$\phi_s - \phi_p = eU_{CPD}, \quad (3)$$

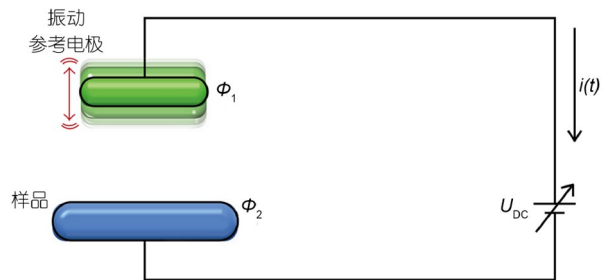


图8 (网络版彩图)开尔文方法振动电极技术测量原理示意图^[40]

Figure 8 (Color online) Schematic of the Kelvin method with vibrating electrode^[40]. Copyright©2016, Hindawi.

式(3)中, ϕ_s 表示待测样品的功函数, ϕ_p 表示振动电极的功函数, e 表示电子电荷值。

振动电极技术推动了开尔文方法的发展, 自此检测系统可自动跟踪测量样品表面电势及其自身功函数的变化。随着检测需求的提高, 1991年Weaver和Abraham^[42]提出了可实现纳米级高分辨率表面电势成像的扫描探针显微镜技术, 将开尔文方法与AFM技术结合, 使用具有纳米级尖锐尖端的探针代替上述宏观振动电极, 完成样品表面电势扫描表征。同年, Nonnenmacher等人^[43]提出了开尔文探针力显微镜(KPFM)的概念, KPFM技术就此诞生。

AFM利用针尖与样品间的短程范德华力变化实现形貌轮廓检测, KPFM技术利用针尖与样品间由于电场作用产生的长程静电力变化实现表面电势差检测。在KPFM测量中, 样品与振动探针形成电气连接回路, 电路中加入正弦交流电压以便进行信号采集和有效电信号的锁相分析处理, 同时施加可调节的直流补偿电压以实现电气回路电压“归零”。当探针微悬臂振幅极小接近零时, 认为针尖-样品间的长程静电力为零, 等同于开尔文方法中反馈调节直流电压使交流电流趋近于零的条件。此时直流补偿电压值与针尖-样品间的局部接触电势差大小相等, 通过记录直流电压实现样品表面电势的表征。KPFM技术极大提高了表面电势差横向测量分辨率, 图9为KPFM测量原理示意图。

关于KPFM检测信号分析过程如下所述: 首先在AFM非接触模式下, 将探针与样品接入电回路中, 然后利用针尖与样品间的长程静电力作为控制参数进行测量。

针尖与样品表面之间形成微电容, 电容之间的能量可以表示为公式(4):

$$E_{el} = \frac{1}{2}CU^2, \quad (4)$$

式(4)中, C 表示探针与样品间的电容值, U 表示探针与样品间的电压差。

由此可知, 在KPFM测量时, 探针与样品间的长程静电力可以表示为公式(5):

$$F_{el} = -\nabla E_{el} = -\frac{1}{2}\frac{\partial C}{\partial z}U^2 - CU\frac{\partial U}{\partial z}, \quad (5)$$

式(5)中, z 表示探针与样品间的距离。

由于探针处于激振状态, 针尖与样品间的距离不断变化, 导致电容值持续改变, 而此时电路中的电压值不是距离的函数, 因此, 公式(5)中的第二项为零项, 则可表示为公式(6):

$$F_{el} = -\frac{1}{2}\frac{\partial C}{\partial z}(\Delta U)^2. \quad (6)$$

如图9所示, KPFM测量电路中探针与样品之间的电压差值可以表示为公式(7):

$$\Delta U = U_{DC} - U_{CPD} + U_{AC}\sin(\omega t), \quad (7)$$

式(7)中, U_{AC} 表示电路中交流电压幅值, ω 表示该交流电压的频率。

根据公式(6)和公式(7), 探针与样品之间的静电力可以表示为公式(8):

$$F_{el} = \underbrace{\frac{\partial C}{\partial z} \left((U_{DC} - U_{CPD})^2 + \frac{1}{2}U_{AC}^2 \right)}_{\text{直流项}} + \underbrace{\frac{\partial C}{\partial z} (U_{DC} - U_{CPD})U_{AC}\sin(\omega t)}_{\text{一倍频项}} + \underbrace{\frac{1}{4}\frac{\partial C}{\partial z}U_{AC}^2\cos(2\omega t)}_{\text{二倍频项}}. \quad (8)$$

由公式(8)可知, 探针与样品之间的长程静电力可以看作由直流分量、一倍频分量和二倍频分量构成。当直流补偿电压与接触电势差相等时, 一倍频项被完全抵消, 捕捉此刻直流补偿电压大小, 即为针尖与样品间接触电势差值, 由公式(3)可进一步获得待测样品的功函数。

与AFM类似, KPFM也包括调幅(AM-KPFM)和调频(FM-KPFM)两种工作模式, 分别根据长程静电力与静电力梯度的大小进行信号调制。在AM-KPFM测量过程中, 利用直流电压补偿, 将电激励交流电压频率处的振动振幅减小至零, 采集此刻直流补偿电压值作为待测接触电势差值。在FM-KPFM测量过程中, 通过调节直流补偿电压, 使电激励交流电压产生的振动频移变化最小, 采集此刻直流补偿电压以获得待测接触电势差值。

AM-KPFM的系统配置如图10所示。为提高信号采集过程中的信噪比, 通常选择微悬臂探针的某阶固有频率作为电激励中交流电压信号的工作频率。采用锁相放大器采集该交流电压频率下探针振动的振幅值, 并反馈调节直流偏置电压大小, 直至该振幅大小缩

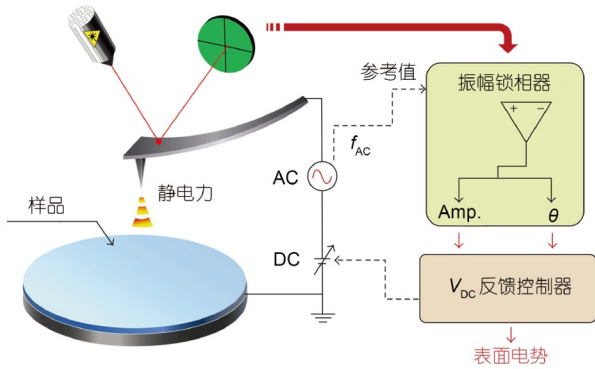


图 9 (网络版彩图)KPFM测量原理示意图^[40]

Figure 9 (Color online) Schematic of the KPFM measurement principle [40]. Copyright©2016, Hindawi.

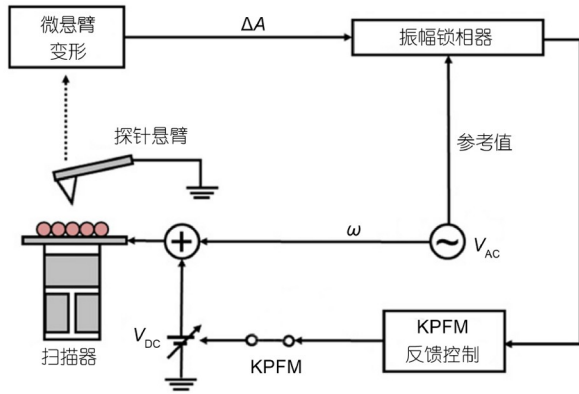


图 10 AM-KPFM系统配置示意图^[44]

Figure 10 Schematic of the AM-KPFM system configuration [44]. Copyright©2013, IOP.

减为零。此时直流偏压大小即为待测针尖与样品间的接触电势差值。

FM-KPFM的系统配置如图11所示。根据公式(1)可知, 受到针尖与样品表面之间长程静电相互作用力的影响, 振动探针的动态频率响应信号会发生改变。与无长程静电相互作用力作用下的原频率响应信号相比, 探针振动的中心频率发生频移, 频移大小可表示为公式(9):

$$\begin{aligned}\Delta\omega &= \omega' - \omega \\ &= \sqrt{\frac{k - \partial F_{el}/\partial z}{m}} - \sqrt{\frac{k}{m}} \\ &= \omega \left(\sqrt{1 - \frac{\partial F_{el}}{k\partial z}} - 1 \right),\end{aligned}\quad (9)$$

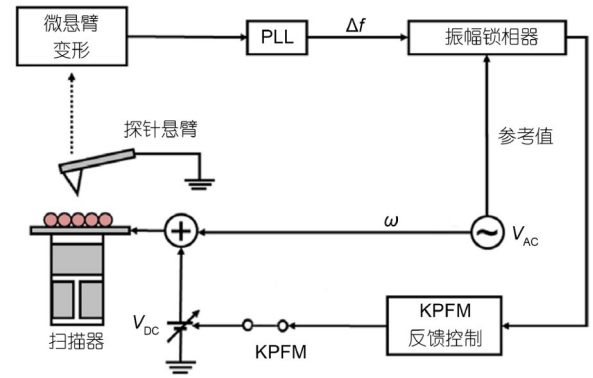


图 11 FM-KPFM系统配置示意图^[44]

Figure 11 Schematic of the FM-KPFM system configuration [44]. Copyright©2013, IOP.

式(9)中, ω' 表示静电力作用后探针振动频率, ω 表示静电力作用前探针振动频率, 与交流电压的频率大小一致。

由于探针刚度大小远远大于静电力一阶梯度值, 公式(9)可以简化表示为公式(10):

$$\Delta\omega = -\frac{\omega}{2k} \frac{\partial F_{el}}{\partial z}, \quad (10)$$

结合公式(8)可得, KPFM测试过程中长程静电梯度可表示为公式(11):

$$\begin{aligned}F_{el}' &= \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \left((U_{DC} - U_{CPD})^2 + \frac{1}{2} U_{AC}^2 \right) \\ &\quad + \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} (U_{DC} - U_{CPD}) U_{AC} \sin(\omega t) \\ &\quad + \frac{1}{4} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} U_{AC}^2 \cos(2\omega t).\end{aligned}\quad (11)$$

直流项
一倍频项
二倍频项

通过调节直流补偿电压值, 使电激励工作一倍频项归零, 即可采集接触电势差值。在实际测量系统中, 长程静电梯度的变化反映在探针的振动状态中。由于静电力导致的频移直接造成了探针振动相位的改变^[45], 探针在静电力作用下的振动方程可以表示为公式(12):

$$x = A \sin(\omega_m t + \int_0^t \Delta\omega \tau d\tau), \quad (12)$$

式(12)中, x 表示探针位移, A 表示探针振幅, ω_m 表示机械激励频率, $\Delta\omega$ 表示静电力引起的频移。

因此, 在FM-KPFM的测量电路设置中, 首先需要采用二级锁相装置, 将长程静电力一倍频项导致的探针振动相移成分提取出来. 然后通过调节外置直流补偿电压, 使该相移振幅归零, 此时直流补偿电压值即为待测接触电势差值.

AM-KPFM和FM-KPFM对应的表面电势测量空间分辨率不同. 由于静电力梯度随针尖与样品间距离变化更加敏感, 相对而言, FM-KPFM的横向分辨率高于同条件下的AM-KPFM模式. 受到悬臂均化效应的影响, 基于静电力变化测量的AM-KPFM测量精度相对较低^[46], 如图12所示为相关研究中不同模式下KPFM测量空间分辨率差异的数值解析曲线.

KPFM技术发展之初主要采用单程扫描模式^[47], 即在AFM非接触模式下, 在单次扫描过程中同时测量样品表面电势和形貌. 通常采用微悬臂探针一阶共振频率进行机械激励, 同时采用微悬臂探针某高阶共振频率下的交流电信号, 配合外置调节补偿直流电压形成接触电势差补偿测量回路. 一次扫描获取两种表面特性, 效率高, 速度快. 但是在KPFM单程扫描测量的过程中, 当样品表面形貌变化较大或者样品表面有水膜存在时, 稳定的非接触模式操作难以实现, 由此便对单程KPFM扫描成像的操作环境提出了较高的要求. 此外, 在传统单程KPFM扫描测量过程中, 长程静电力会对探针的振动状态产生影响, 造成反馈信号中存在较大的串扰误差^[48].

为解决上述问题, 1997年Jacobs等人^[49]提出了优化设计的两步法KPFM扫描模式, 图13(a)为两步法KPFM扫描模式的测量原理图, 图13(b)为一步法KPFM扫描模式(单程KPFM扫描模式)的测量原理图. 在两步法KPFM扫描过程中, 探针首次沿设定路径扫描, 获得待测样品的形貌数据, 然后将探针抬升一定高度并沿扫描线重复第二次扫描, 获得表面电势信息. 该模式可以有效减小形貌与电势测量信号之间的串扰, 但这种方法空间分辨率较低, 适用于测量对象范围较大的情况.

2.3 定量纳米力学原子力显微镜

AFM独特的相互作用力反馈测量机制, 为定量纳米力学特性研究提供了新思路. 定量纳米力学原子力显微镜技术(QNM-AFM)不断演进发展: 基于力-体积模式的AFM力学特性映射方法开发较早且应用广

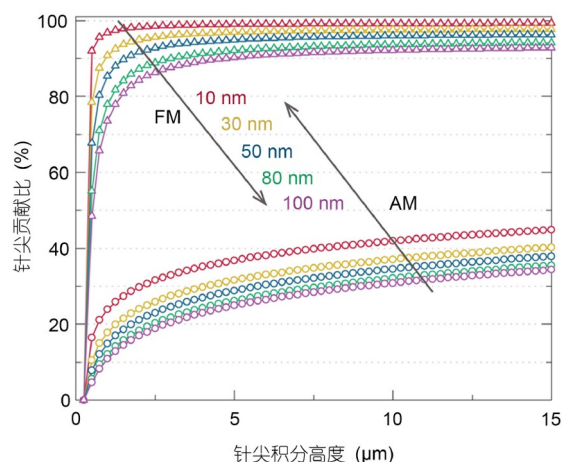


图12 (网络版彩图)不同模式下KPFM测量空间分辨率解析曲线^[46]

Figure 12 (Color online) Numerical analysis curves of spatial resolution in different KPFM modes ^[46]. Copyright©2017, ACS.

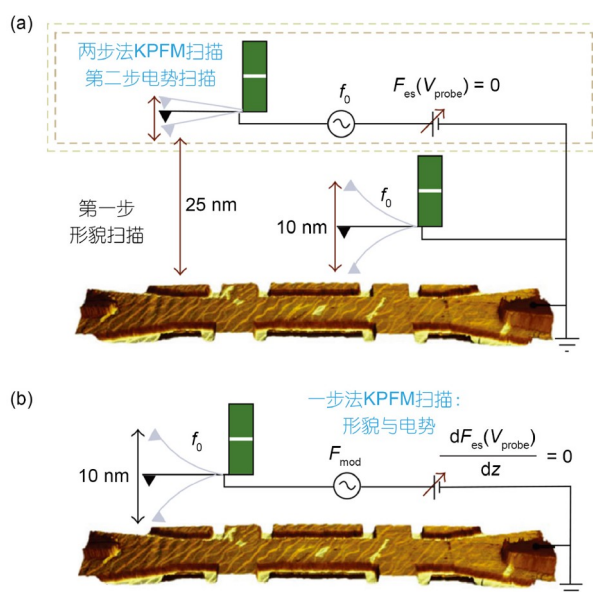


图13 (网络版彩图)两步法与一步法KPFM扫描测量原理对比图^[40]. (a) 两步法KPFM; (b) 一步法KPFM

Figure 13 (Color online) Comparison of two-step and one-step KPFM scanning. (a) Two-step KPFM; (b) one-step KPFM ^[40]. Copyright©2016, Hindawi.

泛^[50,51], 但该方法测量速度十分受限. 随后基于脉冲力模式的AFM定量纳米力学特性表征方法被提出^[52], 利用压电驱动器控制探针或样品产生高频运动完成测量, 有效提高了检测速度, 但过高的触发力限制了表征

精度. 为进一步突破测量速度与测量精度的限制, 布鲁克公司提出了一种基于AFM峰值力轻敲模式的纳米力学特性定量表征方法^[53], 实现了高精度力控制下的定量纳米力学特性高效测量.

在峰值力轻敲模式下, 以针尖与样品间最大排斥力, 即力-位移曲线中峰值力为设定值, 维持该设定值恒定, 完成微纳表面形貌与力学特性成像. 峰值力反馈调节机制可以实现样品压痕深度控制, 有效保护样品表面, 避免针尖被过大的法向力或横向力破坏而产生折损断裂. 图14为针尖与样品间相互作用力随探针周期性运动变化曲线示意图.

针尖由远及近接近样品, 吸引力不断增大. 随着距离减小, 排斥力出现并逐渐占据主导地位, 抵消吸引力. 随后针尖压入样品表面, 产生样品压痕, 直至到达峰值力设定值, 样品表面压痕深度达到最大. 接着在压电驱动下, 针尖从样品表面撤回, 排斥力作用减弱, 样品表面压痕深度逐渐减小至零. 探针持续远离样品, 在样品表面黏附力作用下, 针尖未脱离样品表面, 探针悬臂产生负变形, 相互作用表现为吸引力, 直至探针弹性变形产生的恢复力足以克服黏附力, 针尖才得以挣脱样品表面, 与样品分离.

在QNM-AFM测量过程中, 激振器输出驱动电压, 激励探针周期往复运动, 其频率通常选定为1~2 kHz. 设定峰值力大小, 保证该设定值可以最大程度下保护尖端与样品, 并有效保证成像分辨率与测量精度. 结合扫描控制算法, 采集单点针尖-样品相互作用力曲线, 分析计算表面纳米力学特性. 图15为针尖与样品间相互作用力-位移曲线示意图.

在力-位移曲线采集过程中, 利用设定点A点的峰值力大小反馈调控, 获得样品表面形貌信息, 根据力-位移曲线计算样品表面黏附力、杨氏模量、能量耗散以及样品最大变形等力学参数. 基于力-位移曲线的纳米力学特性计算过程如下所述:

(1) 表面黏附力: 表面黏附力指的是某种材料吸附另一种材料的能力, 通常表现为吸引力作用. 在QNM-AFM测量过程中, 样品的表面黏附力表现为待测样品对针尖的吸引力, 与探针针尖的曲率半径大小成正比, 可以通过针尖远离样品表面过程中产生的最大负值力大小来表示, 即图15中B点对应相互作用力大小. 在实际测量过程中, 首先获得电压随时间变化曲线, 通过上位机处理, 锁定对应周期电压变化曲线中的最小值. 然

后标定测量系统电压-位移灵敏度 S (单位: V/m)与探针刚度 k (单位: N/m), 经数据转换即可计算得到待测样品表面黏附力大小. 针尖功能化之后, 通过检测某种材料修饰的针尖与待测样品之间的黏附力, 可以对特定分子与样品之间的化学作用进行定量分析^[56-58], 为更多机理性问题探索提供解释支持.

(2) 杨氏模量: 杨氏模量描述了物体抵抗变形的能力, 物体的杨氏模量越大, 越不容易发生形变, 该参数在一定范围内描述了材料的软硬程度. 为了获得杨氏模量, 需要利用合适的接触力学模型对图15中A-B之

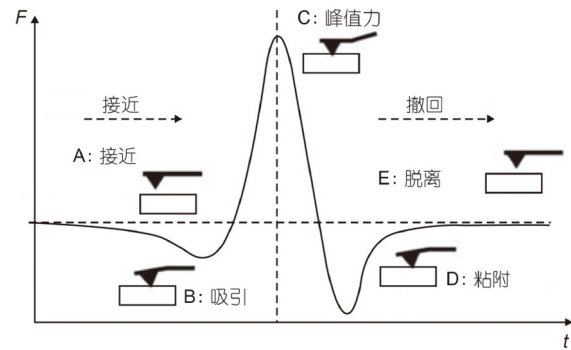


图14 (网络版彩图)针尖与样品间相互作用力随探针周期性运动变化曲线示意图^[54]

Figure 14 (Color online) Schematic of the interaction force between the tip and sample varying with the periodic probe motion [54]. Copyright©2019, Springer.

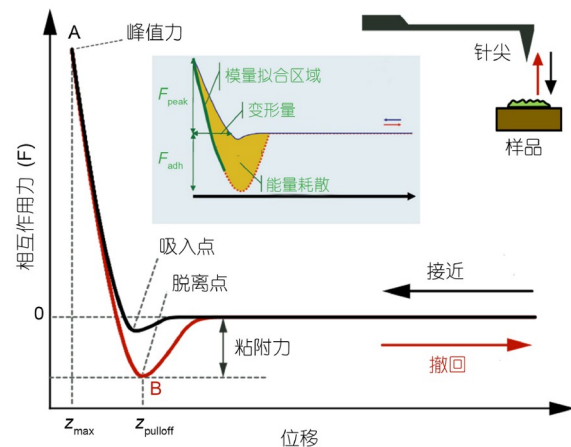


图15 (网络版彩图)针尖与样品间相互作用力-位移曲线示意图^[53,55]

Figure 15 (Color online) Schematic of the interaction force-distance curve between tip and sample [53,55]. Copyright©2004, Bruker Nano Surfaces Division and Copyright©2018, IEEE.

间的数据进行拟合计算, QNM-AFM中常用的接触力学模型包括Hertz模型^[59]、Sneddon模型^[60,61]、DMT模型^[62]和JKR模型^[63,64]。其中Hertz和Sneddon模型常用于无需考虑黏附力的液体环境中, 前者将针尖与样品的接触表面拟合为球面形状, 适用于小压痕深度的情况; 后者将针尖与样品的接触表面拟合为圆锥形状, 适用于大压痕深度的情况。DMT和JKR模型常用于黏附力不能忽略的情况中, 其中DMT模型考虑了接触区域以外的吸引力作用, 而JKR模型只考虑接触区域内的压力与黏附力作用。以上几种模型可通过公式(13)~(16)计算。

Hertz模型:

$$F = \frac{4}{3}E^*\sqrt{Rd^3}, \quad (13)$$

式(13)中, F 表示针尖与样品间相互作用力, E^* 表示等效杨氏模量, R 表示针尖曲率半径, d 表示样品压痕深度。

Sneddon模型:

$$F = \frac{2E^*\tan\theta}{\pi(1-\nu^2)}d^2, \quad (14)$$

式(14)中, θ 表示探针尖端半锥角, ν 表示样品材料泊松比。

DMT模型:

$$F = \frac{4}{3}E^*\sqrt{Rd^3} - F_{\text{adh}}, \quad (15)$$

式(15)中, F_{adh} 表示黏附力。

JKR模型:

$$F_{\text{adh}} = \frac{12E^*d^{3/2}(R-d)^2}{R\sqrt{2R-d}}, \quad (16)$$

实际的样品杨氏模量由等效杨氏模量和针尖与样品材料的泊松比联合计算, 可以表示为公式(17):

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_t^2}{E_t} + \frac{1-\nu_s^2}{E_s}, \quad (17)$$

式(17)中, ν_t 表示针尖材料泊松比, ν_s 表示样品材料泊松比, E_t 表示针尖杨氏模量, E_s 表示样品杨氏模量。由于泊松比通常难以得到准确值, 研究中普遍采用等效杨氏模量代替样品杨氏模量, 对待测样品的纳米力学特性进行预评估。

(3) 能量耗散: 能量耗散代表了针尖接近和远离样品整个过程中产生的机械能损失, 包括弹性和非弹性损耗, 可采用图15中力-位移曲线中接近与撤回数据

之间的积分面积表示, 可表示为公式(18):

$$W = \int \vec{F} \cdot d\vec{z} = \int_0^T \vec{F} \cdot \vec{v} dt, \quad (18)$$

式(18)中, $\vec{F}$ 表示针尖与样品之间相互作用力的矢量值, $\vec{z}$ 表示针尖的位移矢量, $\vec{v}$ 表示针尖的速度矢量, T 表示针尖与样品相互作用周期。

(4) 样品最大变形量: 样品最大变形量即样品最大压痕深度。在QNM-AFM成像过程中, 为有效避免样品和针尖受到法向压力或横向力作用的破坏, 采用针尖与样品表面之间最大压痕力(峰值力)反馈调制方式, 完成纳米力学特性定量检测。基于这一调控机制, QNM-AFM的峰值力轻敲工作模式在细胞等生物样品表面力学特性研究方面表现出其卓越的应用价值^[65]。在实际操作中, 首先采集峰值力A点对应输出电压信号, 然后结合系统灵敏度 S 与探针刚度 k , 将上述峰值电压转换为样品台总位移与峰值力作用下的探针悬臂形变量, 样品台总位移与微悬臂最大形变量之间差值即为样品最大压痕深度。在峰值力作用下, 样品表面压痕深度越大, 针尖与样品接触面所受压强越大, 精准调控样品最大形变量对于保护针尖与样品而言至关重要。

2017年, Meng等人^[55,66]提出了一种磁驱纳米力学特性测量方法, 该方法具有宽范围杨氏模量表征功能, 图16(a)为磁驱动纳米力学特性测量原理图。探针微悬臂上固定有磁球, 该磁球在电磁场控制下受到磁扭矩作用, 可带动探针微悬臂产生扭转变形。传统压电驱动方式下, 包括针托在内的整个探针整体被激振。而在磁驱动下, 磁球可在非共振低频信号下直接驱动微悬臂梁产生振荡, 从而降低加载质量, 有效抑制液下环境测量中的噪声干扰。

在这种直接驱动方式下, 相互作用力的影响表现为微悬臂振动状态的改变, 可以通过对相互作用力加载前后微悬臂运动方程的变化进行分析。在探针与样品表面相互作用过程中, 调控微悬臂运动的合力包括惯性力、阻尼力、相互作用力和周期驱动力。根据欧拉-伯努利梁理论, 磁驱动探针的动力学方程可以表示为公式(19)^[67,68]:

$$m\ddot{z} + \frac{m\omega_0}{Q}\dot{z} + kz = F + F_d\cos(\omega_d t), \quad (19)$$

式(19)中, m , ω_0 和 k 分别表示探针的等效质量、共振频

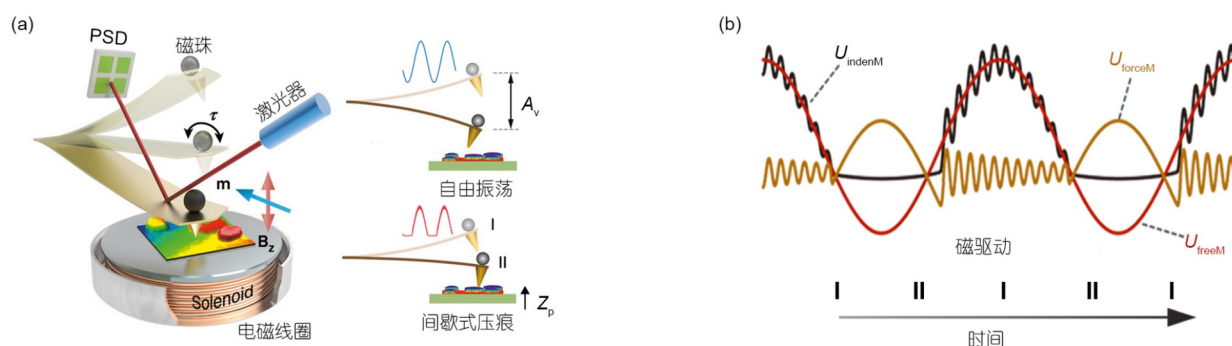


图 16 (网络版彩图)磁驱动纳米力学特性测量^[55,66]. (a) 系统原理图; (b) 微悬臂变形随时间变化曲线

Figure 16 (Color online) Nanomechanical properties measurement using magnetic drive. (a) System schematic; (b) curves of the microcantilever deformation varying with time ^[55,66]. Copyright©2018, IEEE and Copyright©2017, Nature.

率和刚度, Q 表示测量系统的品质因数, F_d 和 ω_d 分别表示周期驱动力的振幅和频率, F 表示针尖与样品之间相互作用力, z 表示探针微悬臂变形.

当驱动频率远小于微悬臂一阶共振频率时, 上述运动方程中的惯性力和阻尼力可以忽略不计^[69], 磁驱动探针的动力学方程可简化表示为公式(20):

$$kz = F + F_d \cos(\omega_d t). \quad (20)$$

振动探针针尖与样品之间的距离持续变化, 针尖脱离样品表面后, 二者之间的相互作用力归零, 此时磁驱动探针的动力学方程可表示为公式(21):

$$kz_0 = F_d \cos(\omega_d t), \quad (21)$$

式(21)中, z_0 表示探针微悬臂在相互作用力为零条件下的自由变形.

由公式(20)和公式(21)可得, 磁驱动探针针尖与样品表面之间相互作用力可表示为公式(22):

$$k(z - z_0) = F. \quad (22)$$

在磁驱动QNM-AFM中, 分别采集针尖-样品相互作用力加载前后微悬臂变形曲线, 两组数据之间的差值曲线对应针尖-样品相互作用力下的微悬臂变形曲线, 图16(b)为磁驱动QNM-AFM测量过程中探针微悬臂变形随时间变化曲线示意图. 磁驱动QNM-AFM属于直接驱动式测量, 这种直接驱动方式降低了探针激励所需负载驱动的加载质量大小, 从而有效抑制了振动噪声的干扰, 提高了纳米力学特性成像质量. 因此, 基于磁驱动的QNM-AFM测量方法, 在面向生物组织活细胞纳米力学特性原位液相环境检测中具有其独特

且显著的技术优势, 在未来生物医学研究等诸多领域具有其广泛的应用前景与发展潜力.

3 多样化的三维表面形貌测量方法

随着半导体集成电路的迅速发展, 三维微纳电子器件出现并引起了广泛关注. 在超精密加工制造技术蓬勃兴起的背景下, 微机电系统引领了未来科技进步的新方向, 成为各行各业中的应用热点. 这类集成式微系统研究涉及机械、电子、材料、生物、化学等多个领域的尖端技术, 在各种MEMS微型传感器与微型马达中, 齿状、堆叠式等三维微纳结构十分常见. 由此类结构制备而成的微纳设备, 其性能或工作原理与三维特征的关键尺寸、表面特性等密切相关. 由于集成式系统结构尺寸急剧缩小, 制造工艺难度增大, 为了保证加工质量, 需要严格的在线检测工具进行实时监控.

原子力显微镜技术能够实现包括微纳表面形貌、微纳表面电势、微纳表面力学特性在内等多种微纳表面特性的高分辨率成像, 是一项极具应用价值与发展前景的微纳表征工具, 现已被广泛应用于金属、半导体、绝缘体、生物材料等样品的微纳表面参数检测中, 具有较强的可开发潜力. 基于传统AFM测量原理, 提出了多样化的三维微纳表面多参数表征方法, 即原子力显微镜三维表面表征技术(3D surface detection method based on atomic force microscopy, 3D SAFM), 以实现三维微纳表面形貌、电学特性与力学特性的量化分析. 目前常见的3D SAFM技术主要包括倾斜式

AFM测量与异型探针测量两种形式,多用于三维微纳表面形貌测量,针对三维微纳表面电学与力学特性表征的3D SAFM技术仍在不断完善中。

本节将就目前常见的原子力显微镜三维表面形貌检测方法(3D ST-AFM)展开讨论,拟总结归纳各类3D ST-AFM技术的优缺点,为未来AFM三维表面检测系统的进一步开发提供新思路。

3.1 倾斜式AFM三维表面形貌测量方法

在AFM系统中,作为微力传感器的微悬臂探针上集成有十几微米高的针尖,受限于针尖结构参数,传统AFM主要面向具有纳米级或亚微米级高度变化的二维样品表面进行扫描表征。图17为传统AFM应用于三维特征测量限制示意图。

当待测样品整体尺寸起伏变化过大时,极易出现以下问题:针尖容易被横向力折损,相互作用力过大导致无法稳定测量,侧壁面结构无法测量,测量结果严重失真等。受制造工艺影响,三维微纳结构通常具有微米级的深沟槽或者表面结构复杂的侧壁面,基于上述原因,传统AFM方法难适用于三维微纳器件表面特征检测,新型的3D SAFM技术亟待开发。

倾斜式AFM三维表面形貌测量方法利用系统中集成的倾斜定位平台,将样品或探针在工作平面内旋转一定角度,使得针尖既可以接触到三维结构的顶面和底面,同时可以接触到三维结构侧壁,由此完成三维微纳表面形貌全方位扫描成像^[70~72],图18为倾斜式AFM三维表面形貌测量原理示意图。当测量范围较大时,考虑到行程范围,多采用倾斜探针式测量三维表面形貌;在小范围扫描样品的情况下,考虑到针尖制备难度、光杠杆位移检测系统配置复杂性以及系统成像干扰最小化原则,通常采用倾斜样品式测量三维表面形貌。

在倾斜式AFM系统中,倾斜角度的大小取决于待测样品三维结构分布密度以及沟槽深度和探针的长径比。2006年,Murayama小组^[75,76]通过数学模型解释了探针与样品存在相对倾斜角度时,针尖与侧壁表面相互作用过程中产生的滑移问题,图19(a)为侧壁角度大于 90° 和小于 90° 两种情况下所建立的滑移力学分析模型。相关研究中指出,产生滑移的条件与待测样品侧壁角度以及针尖向侧壁的进给角度相关,为得到质量更高的扫描结果,需要严格把握上述两个角度参数之间

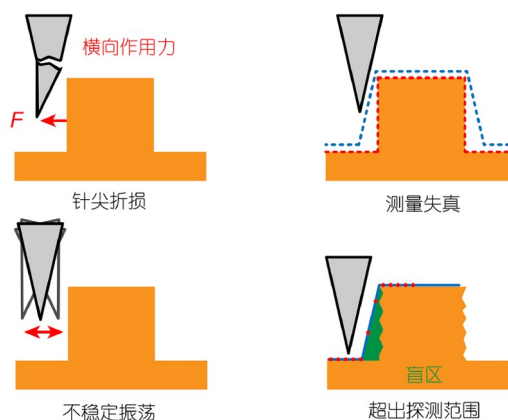


图 17 (网络版彩图)传统AFM应用于三维特征测量限制示意图

Figure 17 (Color online) Schematic of the limitations when using traditional AFM for 3D feature measurement.

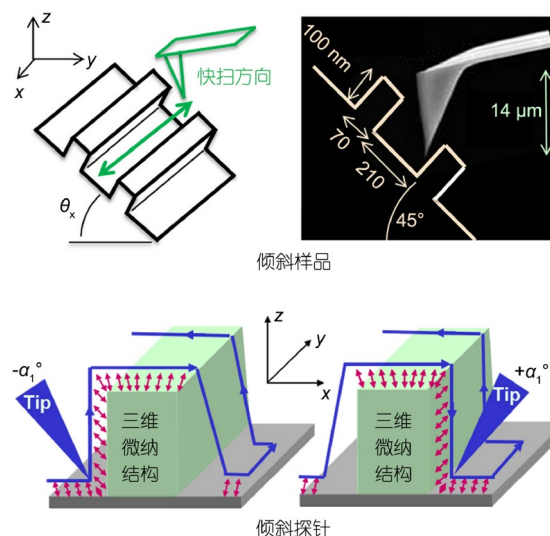


图 18 (网络版彩图)倾斜式AFM三维表面形貌测量原理示意图^[73,74]

Figure 18 (Color online) Schematic of the tilting AFM for 3D surface topography measurement ^[73,74]. Copyright©2013, AIP and Copyright©2013, SPIE.

的相对关系。

常见的商用矩形梁硅质探针长径比较小,可达检测深度受到针尖长度限制,在倾斜式AFM测量过程中存在较大的局限性,不适用于高阶侧壁和深沟槽的扫描。因此,在倾斜式AFM中,多采用长径比较大的光纤探针或者是集成有碳纳米管针尖的探针进行三维表面形貌测量^[76,77],以扩大扫描范围与三维倾斜测量方法

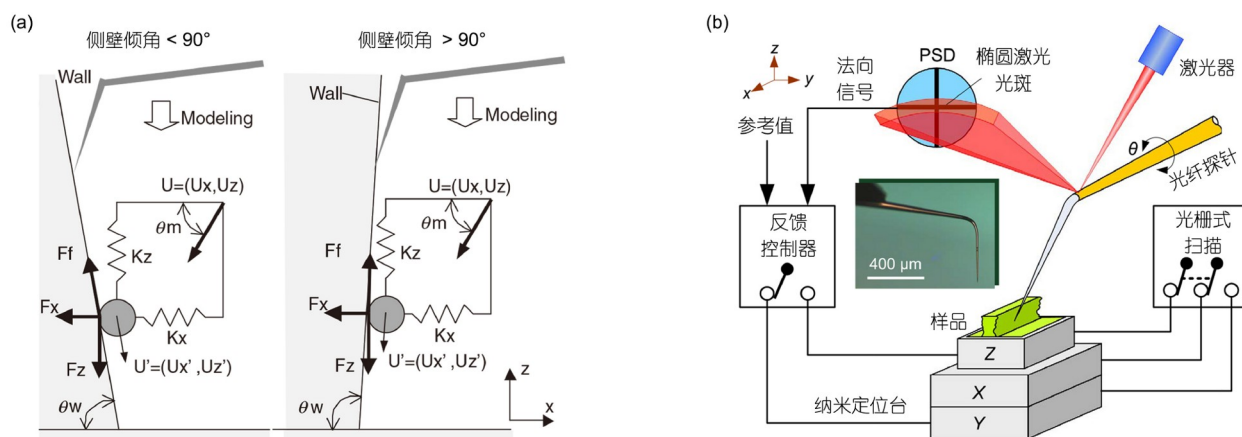


图 19 (网络版彩图) 倾斜式 AFM 三维表面形貌测量方法^[75,78]. (a) 倾斜步进模式下针尖与侧壁间弹簧质量系统示意图; (b) 基于倾斜光纤探针的三维表面形貌测量方法示意图

Figure 19 (Color online) Tilting AFM for 3D surface topography measurement. (a) Analysis of a spring-mass system model existing between the tip and sidewall under the tilt-step-in mode; (b) 3D surface topography measurement method based on the tilting optical fiber probe^[75,78]. Copyright©2006, JSAP and Copyright©2014, AIP.

的普适性, 图19(b)为基于倾斜光纤探针的三维表面形貌测量方法示意图。

2014年, Xie等人^[78]采用光纤探针, 结合倾斜式 AFM 测量方法, 实现了 $243.5\ \mu\text{m}$ 深沟槽的侧壁表面形貌成像, 并完成了对 $20\ \mu\text{m}$ 深, 开口半径 $8\ \mu\text{m}$ 的大深宽比微孔的空间表面纹理表征。2016年, Xie等人^[79]提出了一种可控扫描密度的矢量探测扫描方法, 有效提高了倾斜扫描过程中针尖在侧壁面上的测量点数量。2023年, Kizu等人^[80]开发了一项基于倾斜式 AFM 的侧壁形貌测量方法, 采用探针倾斜机制, 使针尖能够扫描垂直侧壁, 同时采用高分辨率激光干涉仪测量针尖位移, 实现了光刻胶三维微纳结构侧壁上数十纳米大小晶粒形状的高分辨率成像, 为光刻制造工艺技术的改良提供了重要参考数据。值得一提的是, 倾斜式 AFM 三维表面形貌测量方法属于一种非正交扫描方式, 其扫描结果需要经过数据处理, 即完成坐标变换后才能得到实际的三维微纳表面形貌分布结果^[70]。

倾斜式 AFM 系统中配置有集成尖锐尖端的探针, 能够实现高分辨率三维微纳表面形貌成像, 同时能够方便地探测底切、悬垂等特殊的三维侧壁结构表面。但是, 倾斜式 AFM 系统中必须配置对应的角度可调样品台或者探针倾斜装置。且该方法无法实现一次三维整体成像, 需结合两次相对角度旋转操作, 完成三维微纳结构相对侧面形貌的表征, 随后根据顶面重复扫描区域内的重合特征点, 利用图像拼接技术处理两次

扫描结果数据, 从而实现三维整体形貌再现^[79,81]。由此无论是坐标变换还是图像拼接后处理, 都不可避免地增大了三维表面形貌表征结果中存在的误差。可见, 倾斜式 AFM 扫描并不适用于表征顶面无特殊标记特征的三维整体结构, 倾斜角度的选择需要综合考虑系统配置以及待测样品的侧壁角度。

3.2 基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法

裙摆探针是一类集成有特殊喇叭开口针尖结构的探针, 图20(a)为裙摆探针结构示意图及电子显微镜图像。1994年, Martin和Wickramasinghe^[82]首次提出了一种基于裙摆探针的垂直侧壁表面形貌测量方法, 为探索集成电路中各种沟槽结构的关键尺寸提供了有效的微纳检测手段。

随着微纳制造加工工艺的不断进步, 目前已经开发出更多不同结构形式的裙摆探针, 例如三叉戟形、锤头形等^[83-86]。相比之下, 经过针尖结构改进的裙摆探针, 通常具有更高的横向刚度以及更大的侧向可探测范围, 并具有针尖不易磨损等优点。受开口式针尖几何形状的影响, 利用裙摆探针扫描获得的三维微纳表面形貌测量结果中包含一定的针尖几何形状卷积误差, 图20(b)为裙摆探针针尖几何卷积误差示意图。因此, 需要采用合适的校准方法标定裙摆探针的针尖几何形状尺寸^[87], 并结合去卷积数据处理方法, 才能得到真实准确的三维表面形貌分布结果^[88,89]。

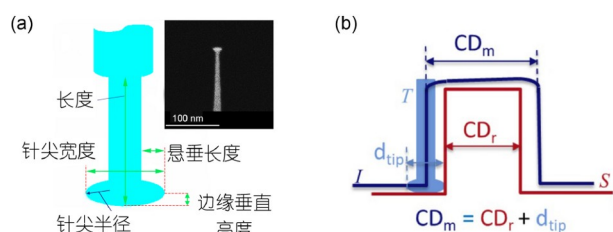


图 20 (网络版彩图)裙摆探针^[87,90,91]. (a) 结构示意图与电子显微镜图; (b) 针尖几何卷积误差示意图

Figure 20 (Color online) Critical dimension probe. (a) Structure schematic and the scanning electron microscopy (SEM) image; (b) schematic of the tip geometry convolution errors^[87,90,91]. Copyright©2016, Elsevier, Copyright©2006, SPIE and Copyright©2020, IOP.

基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法利用裙摆探针的开口式针尖结构, 结合定制化AFM扫描控制算法, 能够有效接触并检测三维微纳结构的陡峭侧壁表面形貌以及顶部和底部表面形貌, 从而完成三维表面形貌的全面表征。由于裙摆探针的开口式针尖结构呈对称分布, 该探针能够在一次扫描过程中完成对三维微纳结构相对侧壁表面形貌的表征, 无需进行倾斜式AFM三维表面形貌测量中两次不同旋转角的系统调整, 一次成像在一定程度上减小了图像拼接等技术引入的结果误差。

得益于裙摆探针特殊的外延式针尖几何结构, 发展了一系列新颖的基于AFM的三维微纳表面形貌测量模式。最初, 以裙摆探针为微力传感器核心部件, 采用不同大小的横向和纵向振动频率同时驱动裙摆探针, 进行三维微纳表面形貌扫描^[82,92,93], 图21为动态振动模式下基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法示意图, 但这种动态振动工作模式下, 存在开口针尖的末端突出部分遇到陡峭倾斜侧壁时极易被折断的问题。

为避免针尖损坏问题, 发展了基于裙摆探针的三维微纳表面形貌逐点测量方法, 例如跳跃模式(jumping mode)和步进模式(step-in mode)^[94,95]。在逐点测量过程中, 将反馈调控参数设定为探针与样品之间的相互作用力, 以便尽可能减小当待测样品侧壁斜率变化过大时横向摩擦力对针尖的影响, 有效保护针尖, 类似于传统AFM的峰值力测量模式, 图22为接触力控制模式下基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法示意图。

2018年, Zhang等人^[96]利用定制裙摆探针, 结合步进模式完成了三维微纳结构的表面形貌表征。该实验

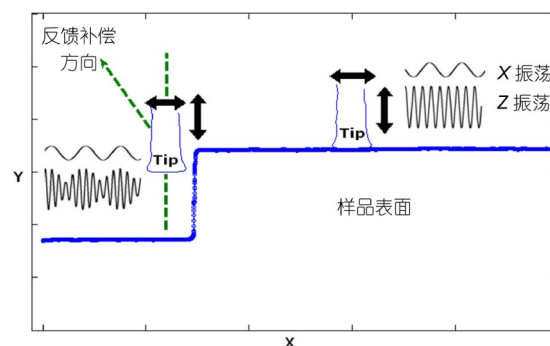


图 21 (网络版彩图)动态振动模式下基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法示意图^[93]

Figure 21 (Color online) Schematic of 3D surface topography measurement method based on the critical dimension probe with dynamic vibration mode^[93]. Copyright©2011, SPIE.

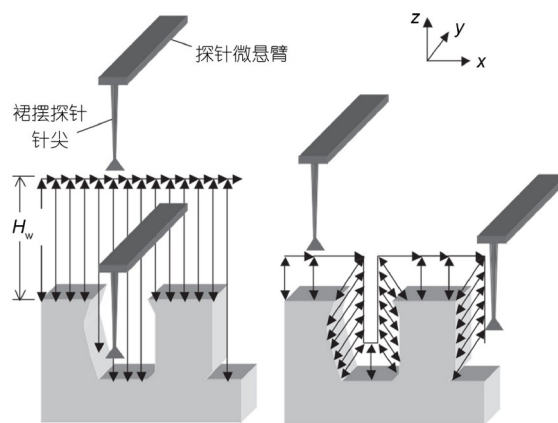


图 22 (网络版彩图)接触力控制模式下基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法示意图^[95]

Figure 22 (Color online) Schematic of 3D surface topography measurement method using the critical dimension probe with controllable contact force^[95]. Copyright©2006, JSAP.

基于有限元仿真结果设计了定制探针的结构参数, 并使用聚焦离子束对传统裙摆探针进行铣削加工。制作得到的定制探针保留了原裙摆探针的开口式针尖结构, 同时改善了由于传统裙摆探针扭转与弯曲刚度相差过大而造成的侧壁测量不稳定等问题, 提高了测量灵敏度。2019年, 该小组提出了基于自适应角度的逐点三维表面形貌测量模式, 探针的进给角度可随侧壁表面斜率的变化自动调整, 大大提高了扫描速度^[97]。

基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法无需复杂的系统配置和坐标转换处理, 一次扫描完成三维表面形貌的整体表征, 测量效率较高。但裙摆探针属于特

殊探针, 受其加工工艺的影响, 尖端折损率较高. 突出尖端过大的曲率半径, 使得这类方法相比于倾斜式 AFM 三维表面形貌测量方法而言, 所得到的扫描结果分辨率略低, 且包含了尖端几何误差, 需要经过必要的去卷积误差处理才能得到准确的三维表面形貌测量结果.

3.3 基于组装式探针的三维表面形貌测量方法

组装探针是一类通过微加工与微组装技术制造的自定义探针, 根据实际测量需求, 设计组装探针构型, 按照设计参数对已有的商用探针进行微加工, 在微操作系统中对加工好的微部件进行组装, 得到可以满足三维表面形貌测量需求的组合式探针, 图 23 为基于组装式探针的三维表面形貌测量方法示意图. 该方法灵活性高, 可根据需要自定义设计出具有特定功能属性的组装式探针, 但所设计组装式探针往往也由于结构和功能特异性较强, 只适用于某些特定条件下的三维表面形貌测量. 此外, 为获得性能可靠的组装式探针, 对微加工和微操作实验人员的技术水平提出了较高的要求.

2006 年, Dai 等人^[98]提出了一种新颖的三维侧壁形貌测量方法, 利用微装配技术将水平探针悬臂和垂直探针悬臂黏合在一起, 制备得到新型的组装式探针. 该小组利用组装式探针的微沟槽, 微齿轮等样品的线边缘粗糙度进行了测量, 图 23(a) 为基于组装式探针的

侧壁形貌测量结果, 结果表明该测量方法具有亚纳米级的测量分辨率. 其研究中指出组装式探针具有常规探针测量灵敏度高、垂直和横向测量分辨率高等优点. 同时, 这种组装式探针结构中, 沿竖直方向延伸的垂直悬臂梁上集成有接触式探测针尖, 可以深入沟槽内部扫描侧壁形貌, 针尖与悬臂之间间距可根据需要自行定义, 这种结构设计极大地拓宽了 AFM 探针面向三维结构的可探测范围.

2021 年, Geng 等人^[99]提出了一种基于正交悬臂探针的侧壁表面形貌测量方法, 图 23(b) 为基于正交悬臂探针的侧壁形貌测量系统示意图. 研究中设计了一种由横梁、纵梁以及连接粒子组成的组装式探针-正交悬臂探针, 利用有限元仿真计算分析了该探针的动态固有频率以及静态刚度等性能参数. 在扭转激振的工作模式下, 利用正交悬臂探针完成了对竖直放置的金硅界面、微梳结构以及微阵列单元等样品侧壁表面形貌的扫描成像, 验证了正交悬臂探针可靠的三维侧壁形貌测量能力. 在弯曲激振的工作模式下, 利用正交悬臂探针完成了对水平放置的金硅界面以及微阵列单元顶部和底部表面形貌的扫描成像, 验证了该探针与常规探针相当的二维样品表面形貌测量能力.

2023 年, Zhang 等人^[100]提出了基于正交悬臂探针的三维表面形貌测量方法. 通过建立集成有 360° 旋转样品台 AFM 测量系统, 结合正交悬臂探针, 结合探针矢量角度跟踪算法、原点自动定位法和振幅衰减补偿

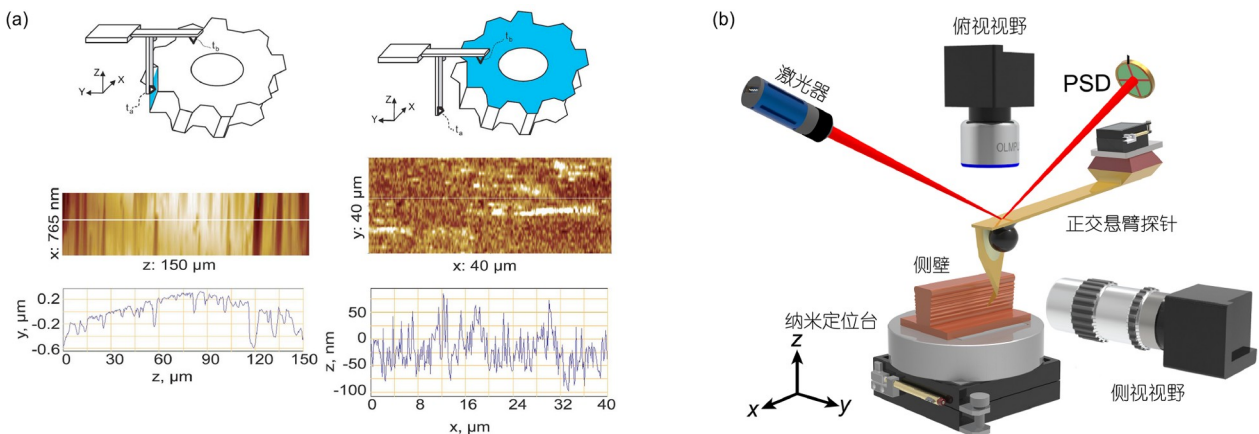


图 23 (网络版彩图) 基于组装式探针的三维表面形貌测量方法^[98,99]. (a) 基于组装式探针的侧壁形貌测量结果; (b) 基于正交悬臂探针的侧壁形貌测量系统示意图

Figure 23 (Color online) 3D surface topography mapping method with the assembled probe in AFM. (a) Sidewall measurement results with the assembled cantilever probe; (b) system schematic of sidewall imaging with the orthogonal cantilever probe^[98,99]. Copyright©2006, AIP and Copyright©2021, IEEE.

算法, 从四个不同角度完成了三维表面形貌全方位扫描成像。随后基于特征点拼接技术对微阵列的三维表面形貌进行重建, 根据重建结果可以获得微阵列三维表面诸多细节的轮廓分布, 观察到微阵列单元根部明显的压印材料堆积, 由此验证了正交悬臂探针面向具有大深度陡峭侧壁三维微纳结构与三维密集微阵列单元表面形貌的全方位空间映射能力。图24为基于正交悬臂探针的三维表面形貌测量系统示意图以及微阵列单元的三维表面形貌测量结果。

根据技术需求对各种可用的商用常规探针进行自定义设计, 通过微加工微装配技术定制的组装式探针可改造性较强, 灵活性高, 适用性较为广泛。但是由于对微操作加工技术要求较高, 难以实现大批量生产, 且由于组装探针过强的结构功能特异性, 特定组装式探针的应用场合存在一定限制。

3.4 基于卡尺式双探针的三维表面形貌测量方法

裙摆探针可以在一次扫描过程中完成三维微纳结构表面形貌的整体测量, 但由于裙摆探针开口式针尖的曲率半径较大, 成像分辨率较低; 在倾斜式AFM与基于组装式探针的三维表面形貌测量方法中, 探针针尖具有较小的曲率半径, 可以得到高分辨率的扫描成像结果, 但需要考虑两次旋转完成整体三维表面形貌测量, 存在繁琐的系统调整过程, 并且存在组装式探针微加工制备难度较大等问题。

综合考虑上述情况, 后续研究中提出了基于卡尺式双探针的三维表面形貌测量方法。该方法的工作原理是在倾斜式AFM三维表面形貌测量系统基础上, 额外增加一组以探针为核心的力-位移检测模块。利用两个倾斜的探针分别对待测三维微纳结构的两侧侧壁同时进行扫描, 尖锐的针尖使得该方法相比于基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法具有更高的测量分辨率。此外, 卡尺式双探针测量能够连续扫描相邻或相对的三维微纳结构的侧壁表面形貌, 两组基于探针的力-位移检测模块可以在一次扫描过程中实现三维表面形貌的整体测量, 相比倾斜式AFM三维表面形貌测量方法而言, 避免了繁琐的旋转系统调整。在卡尺式双探针测量方法中, 采用常规商用探针进行测量, 无需进行复杂的探针微加工制备过程。

2002年, Mancevski和McClure^[101]使用卡尺式硅探针完成了侧壁表面形貌的测量, 图25(a)为卡尺式硅质双探针测量示意图。该项研究通过双探针尖端相互接触建立坐标零点参考, 由此能够有效补偿尖端磨损导致尖端形状变化引入的几何误差。由于硅探针的悬臂过宽阻碍了系统初始调试过程中双探针尖端的接触, 便对其悬臂进行了斜切, 该操作可同时保证倾斜式硅探针能够顺利深入底切沟槽等结构中完成三维表面形貌测量。

2014年, Xie等人^[77]采用具有百微米细长针尖的光纤探针代替常规硅质商用探针, 有效避免了三维微纳

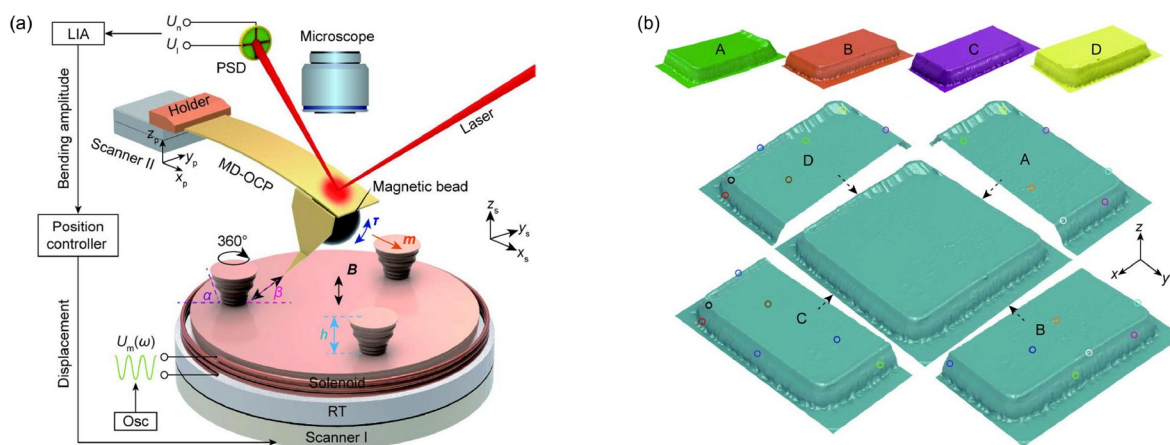


图24 (网络版彩图)基于正交悬臂探针的三维表面形貌测量方法^[100]。(a) 系统示意图; (b) 微阵列单元的全方位三维表面形貌测量结果

Figure 24 (Color online) 3D surface topography mapping method with the orthogonal cantilever probe. (a) System schematic; (b) omnidirectional 3D surface topography measurement results of the microarray units ^[100]. Copyright©2023, Elsevier.

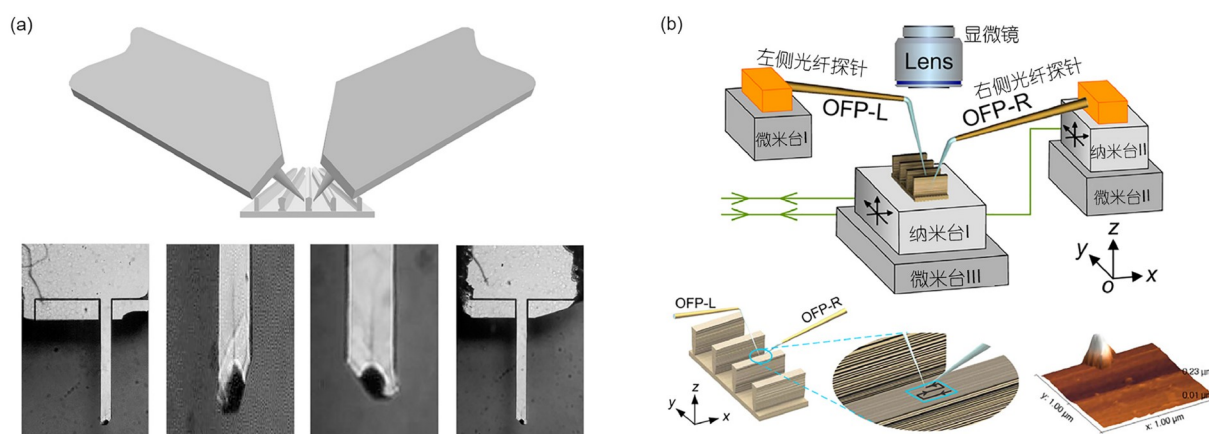


图 25 (网络版彩图)基于卡尺式双探针的三维表面形貌测量方法^[77,101]. (a) 卡尺式硅质双探针测量示意图; (b) 卡尺式双光纤探针测量示意图

Figure 25 (Color online) 3D surface topography mapping method with the dual probes. (a) Measurement schematic with the caliper of dual silicon probes; (b) measurement schematic with the caliper of dual optical fiber probes [77,101]. Copyright©2002, SPIE and Copyright©2015, Elsevier.

结构表面测量过程中, 双探针微悬臂发生干涉碰撞的问题. 在系统初始调试过程中, 通过针尖彼此扫描的方式, 精确对准了双光纤探针的运动坐标系. 图25(b)为卡尺式双光纤探针测量示意图, 该系统采用双轴伺服反馈机制调控探针运动, 该机制设计能够有效减小传统倾斜式AFM单轴伺服调控过程中, 由于探针与待测样品表面之间力反馈检测不稳定引入的噪声信号. 同年, Lin等人^[102]提出将自动探针倾斜角度确定方法与双探针扫描系统相结合, 根据扫描表面斜率变化情况预测, 计算得到所需的最优探针倾斜角度, 由此提高了拐角结构处的三维表面形貌扫描结果的成像质量.

2018年, Wu等人^[103]基于自搭建的卡尺式双探针AFM测量系统, 进行双探针扫描成像控制算法优化, 改进了自适应探针的倾斜角控制算法, 实现了侧壁角度的在线估计和探针倾斜角度的自动化实时调整. 相比于传统AFM系统配置中固定倾斜角度的探针测量方法, 探针倾斜角度自适应调控测量方法有效改善了三维微纳结构侧壁拐角位置处扫描图像结果失真的问题. 2020年, Zheng等人^[104]采用双音叉探针进行了卡尺式三维表面形貌测量, 简化了传统AFM系统中的光杠杆位移检测装置, 降低了系统结构的复杂度.

基于卡尺式双探针的三维表面形貌测量方法检测效率高, 成像质量好, 扫描结果受针尖几何误差影响小, 无需复杂的图像拼接等数据处理过程. 但是, 这种

方法往往需要结合复杂的系统硬件平台配置, 在三维微纳结构表面特性测量的初始化过程中, 必须首先精准确定双探针的尖端相对位置, 以便建立扫描系统参考坐标点, 完成扫描过程中扫描点平面分布坐标的自动转换. 随着AFM自动化检测控制算法功能的不断完善, 上述繁琐的系统操作问题逐渐得到了高效处理.

3.5 360°全方位AFM三维表面形貌测量方法

360°全方位AFM三维形貌测量方法指的是对三维微纳样品的全周侧壁表面形貌进行扫描成像, 通常需要在常规AFM系统中集成可以完成360°旋转样品台或全方位探针运动控制机制.

2019年, Wen等人^[105]设计了一套用于实现微米级三维样品360°全方位表面形貌与力学特性表征的AFM纳米机器人操作系统, 该系统集成了六自由度纳米操作平台, 采用原点定位方法自动补偿了旋转过程中待测目标样品产生的偏心距离. 通过360°全方位表征具有各向异性的人体头发, 以及具有各向同性的梯形探针和悬臂锥形微量移液管三种样品, 并采用图像拼接方法将得到的实验数据成功重建为三维图像, 由此验证了所建立AFM纳米机器人操作系统强大的360°全方位三维表面测量能力与实用性. 图26(a)为上述360°三维表面形貌测量系统以及头发丝全周扫描结果.

同年, Akhtar课题组^[106]从三维扫描算法入手, 提

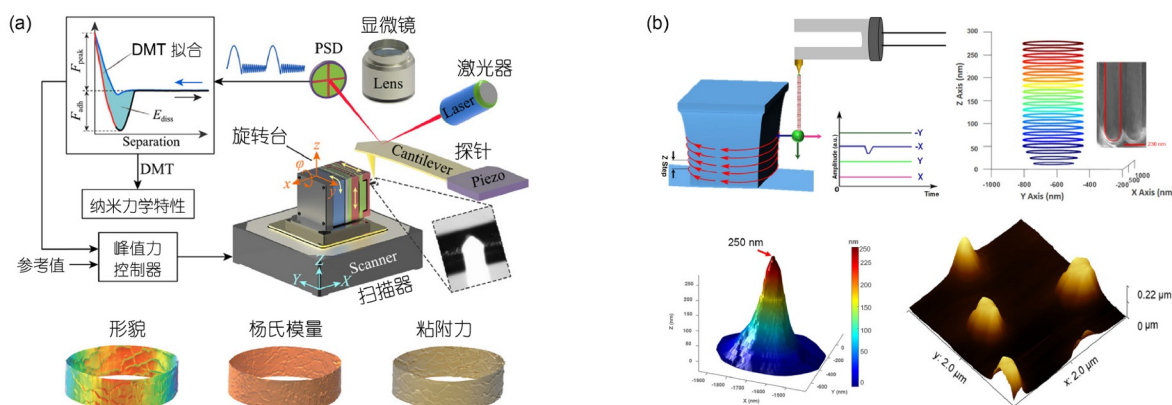


图 26 (网络版彩图)360°全方位AFM三维表面形貌测量方法^[106,107]. (a) 360°三维表面形貌测量系统; (b) 基于“检测-执行”策略的三维表面扫描示意图以及该策略下获得的通孔与圆柱结构的三维表面形貌测量结果

Figure 26 (Color online) 360° omnidirectional 3D surface topography AFM mapping method. (a) AFM system for 360° 3D surface topography characterization; (b) 3D surface scanning schematic with detection-and-decision steps and its measurement results including a hole and a pillar^[106,107]. Copyright©2019, Elsevier.

出了一种可以实时动态调整探针方向的非接触式AFM扫描策略,介绍了一种新颖的智能全周扫描算法,并使用该方法对通孔、硅质纳米柱以及深沟槽等结构的微观表面形貌进行了精确测量.利用碳纳米管尖端与音叉组合的探针探测了具有高深宽比三维结构的表面形貌,图26(b)为基于“检测-执行”策略的三维表面扫描示意图以及该策略下获得的通孔与圆柱结构的三维表面形貌测量结果.

360°全方位AFM三维表面形貌测量方法利用探针或样品的360°相对旋转运动,扫描获得三维微纳结构全周侧壁的表面形貌,随后借助图像拼接工具重建三维表面特征.这是一种面向各向异性材料特性研究提出的高效微纳检测技术,利用该方法能够对样品表面特性与方向分布相关性进行深入探究,实现样品整体缺陷检测,更全面地掌握待测样品表面特征分布信息,尤其适用于旋转体微纳结构样品表征.但是,能够精确控制样品姿态并实现360°全方位旋转的样品台很难与紧凑的商业AFM系统集成使用,且数据处理难度大,通过特征点拼接方法重建三维特征图像会引入不必要的结果误差.智能探针运动控制算法确实提高了三维表面特性测量的执行效率,为全方位三维微纳结构表面特征检测提供了新思路.但是,探针在成像过程中位置坐标的实时变动,需要额外考虑AFM系统中位移检测模块的配置形式.显然,在集成有光杠杆位移检测装置的AFM系统中,上述探针运动控制算法存在

应用局限性,需要选择自传感探针如音叉探针等,配合该策略以完成三维表面形貌测量.

3.6 基于特殊探针的三维表面形貌测量方法

基于特殊探针的三维表面形貌测量方法利用改造的微悬臂探针实现三维微纳表面形貌检测,该技术通过精密调整和改良微悬臂探针的结构形式,以实现三维样品表面微观结构的高分辨率、高灵敏度的测量与分析.这类特殊探针形式多样,不能一概而论,除典型的碳纳米管探针以外,还包括多种自定义悬臂式或自定义针尖式的特殊探针.

传统硅探针针尖限制了三维表面检测技术的发展,有限的针尖高度使得探针难以面向狭窄深沟槽内表面形貌顺利执行扫描.当针尖曲率半径小于5 nm时,受硅质材料机械性能制约,针尖机械脆性增大.在扫描过程中极易出现针尖磨损,导致扫描过程不稳定,扫描结果不准确甚至失真.具有高稳定和高纵横比碳纳米管针尖的探针由此得到发展^[108~111],图27为基于碳纳米管探针的三维表面形貌测量方法示意图与碳纳米管探针电子显微镜图.

碳纳米管针尖是由二维石墨烯卷制而成的中空圆柱体,单壁碳纳米管直径可达到亚纳米至数纳米级别范围,多束单壁碳纳米管在吸引力作用下可形成多壁碳纳米管,其直径可以达到数纳米到亚微米级别^[112].由于碳纳米管针尖硬度大,弹性好,能够有效限制振

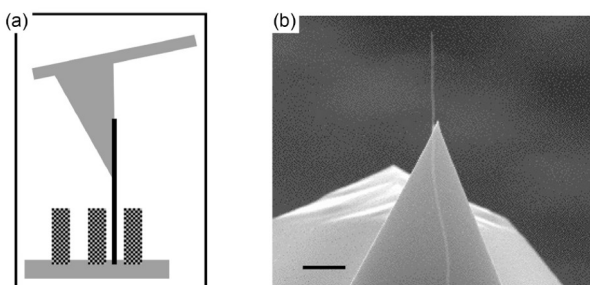


图 27 (网络版彩图)基于碳纳米管探针的三维表面形貌测量方法^[108]. (a) 测量示意图; (b) 碳纳米管探针针尖电子显微镜图

Figure 27 (Color online) 3D surface topography measurement based on the carbon nanotube probe. (a) Mapping schematic; (b) the SEM image of the carbon nanotube tip ^[108]. Copyright©2005, IOP.

动噪声产生, 实现可重复性更好的测量效果^[113], 被广泛应用于AFM成像研究中.

1996年, Smalley小组^[114]首次采用碳纳米管探针, 实验人员利用光学显微镜微操作技术将碳纳米管尖端手动黏接到硅针尖末端, 如今看来, 这种方法费时费力, 组装效率极低, 但这项研究充分证明了具有高深宽比的碳纳米管针尖具有良好的机械性能与化学稳定性, 适用于深沟槽等三维结构侧壁表面形貌探测. 随后, Lieber和Cooper等人^[115,116]提出利用化学气性沉积在硅针尖末端生长碳纳米管尖端的方法, 提高了碳纳米管探针的制备效率. Hafner小组将化学生长与手工组装技术相结合, 提出了新颖高效的碳纳米管针尖拾取方法, 大大提高了单壁碳纳米管针尖的生产效率^[117].

Larsen等人^[118]曾指出碳纳米管探针的寿命至少是蚀刻硅探针寿命的20倍, 可见碳纳米管探针相对加工后的硅质探针而言, 在狭窄深沟槽等三维结构测量中更加具有发展前景. 基于碳纳米管探针的三维表面形貌测量方法能够适应密集度高, 深度大的狭窄沟槽结构扫描, 且成像分辨率高. 但是这类探针加工制备难度大, 单壁碳纳米管针尖受横向冲击力损坏概率高, 由于针尖弹性大, 针尖挠曲变形与横向变形之间的信号串扰问题需要额外考虑.

除此之外, 多项研究中通过自定义改造探针针尖的形式实现预期的三维结构表面形貌测量. 例如, Krohs等人^[119,120]利用聚焦离子束铣削探针针尖, 得到了能够在扭转反馈下实现侧壁表面形貌表征的加工探针, 图28(a)为用于侧壁表征的带有侧向针尖的定制探

针. Zhang等人^[96]利用聚焦离子束加工裙摆探针的开口尖端, 改善了其刚度性能, 提高了测量稳定性, 图28(b)为加工铣削的裙摆探针设计图及其电子显微镜图像.

Rajendra Kumar等人^[121]介绍了新颖的自定义纳米针尖探针加工技术, 利用平面电子束纳米光刻技术制造出片状针尖, 并在微夹具辅助下将针尖与微悬臂进行组装, 通过实验证明了加工探针进行深沟槽三维表面形貌成像的稳定性, 图28(c)为带有自定义薄片针尖的探针及其深沟槽扫描结果. Hussain等人^[122,123]利用微操作技术将硅针尖安装在音叉传感器末端所制备的音叉探针, 能够在高灵敏度检测下实现高分辨率侧壁表面形貌成像, 且音叉探针的自驱动自传感特性在一定程度上简化了AFM系统配置, 图28(d)为用于侧壁形貌测量的音叉探针力传感器及其侧壁成像结果.

基于自定义悬臂探针的三维表面形貌测量方法研究相对较少. 2014年, Koops与Fokkema^[124]提出了一种通过改造探针微悬臂, 创建悬臂内子结构, 以加强在三维空间检测中AFM探针横向测量灵敏度的方法, 图29(a)为具有三维灵敏度的氮化硅微悬臂探针设计图及其电子显微镜图. 2020年, Thiesler等人^[125]利用聚焦离子束加工技术改造微悬臂结构, 使其在三维各方向上具有相当的刚度, 并称之为具有各向同性刚度的三维探针, 能够在高灵敏度下实现三维方向上相互作用力的检测, 图29(b)为在三维方向上具有准各向同性刚度的纳米探针结构示意图. 可见, 基于微加工自定义悬臂探针的三维表面形貌测量方法也是改善和提升三维微纳表面检测技术性能的一种重要方式.

基于特殊探针的三维表面形貌测量方法包含诸多方面, 属于基本分类以外的一种开发灵活性较强的形式, 目前已投入大范围应用的商业光纤探针等均为特殊探针技术发展成熟的结果, 这类技术的创新应用对基于AFM的三维微纳表面检测技术研究起到了有效的推动作用.

3.7 多元化三维表面形貌测量方法的优缺点

基于原子力显微镜所开发的三维表面形貌检测方法发展较为完善, 由于三维微纳结构的特殊性, 基于AFM的三维表面形貌测量方法开发通常建立在系统改造与探针改造两种技术方案的基础上, 主要包括倾斜式AFM三维表面形貌测量、基于裙摆探针的三维

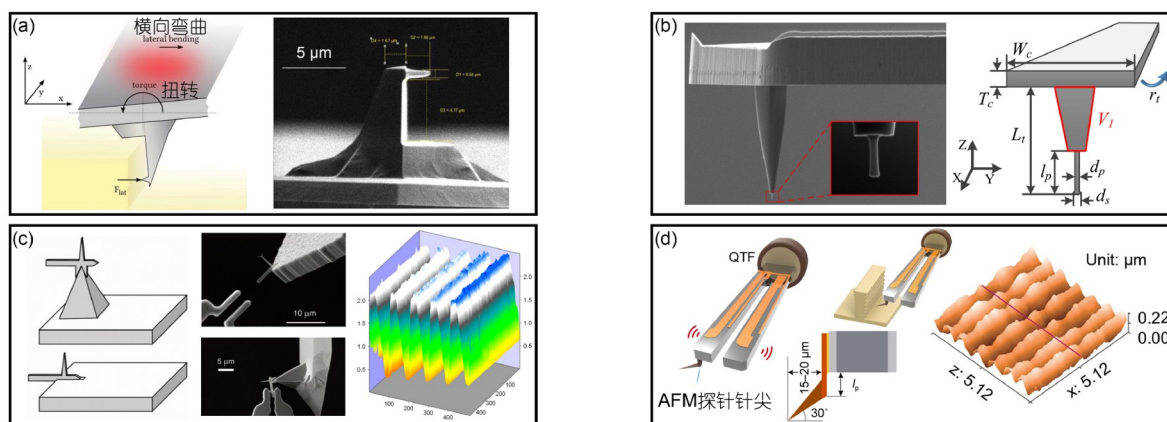


图 28 (网络版彩图) 基于自定义针尖探针的三维表面形貌测量方法^[96,119-122]。(a) 用于侧壁表征的带有侧向针尖的定制探针; (b) 加工铣削的裙摆探针设计图及其电子显微镜图像; (c) 带有自定义薄片针尖的探针及其深沟槽扫描结果; (d) 用于侧壁形貌测量的音叉探针力传感器及其侧壁成像结果

Figure 28 (Color online) 3D surface topography mapping method based on the probe with a customized tip. (a) Design and its SEM image of the customized FIB-milled probe with a sidewise oriented tip for sidewall measurement; (b) design and its SEM image of the tailored CD probe for 3D AFM measurement; (c) probes with the customized thin-flaked tip and its scanning results of the deep trench; (d) the quartz tuning fork force sensor for sidewall measurement and its mapping result^[96,119-122]. Copyright©2014, IEEE, Copyright©2013, IEEE, Copyright©2009, IOP, Copyright©2018, IOP and Copyright©2018, MDPI.

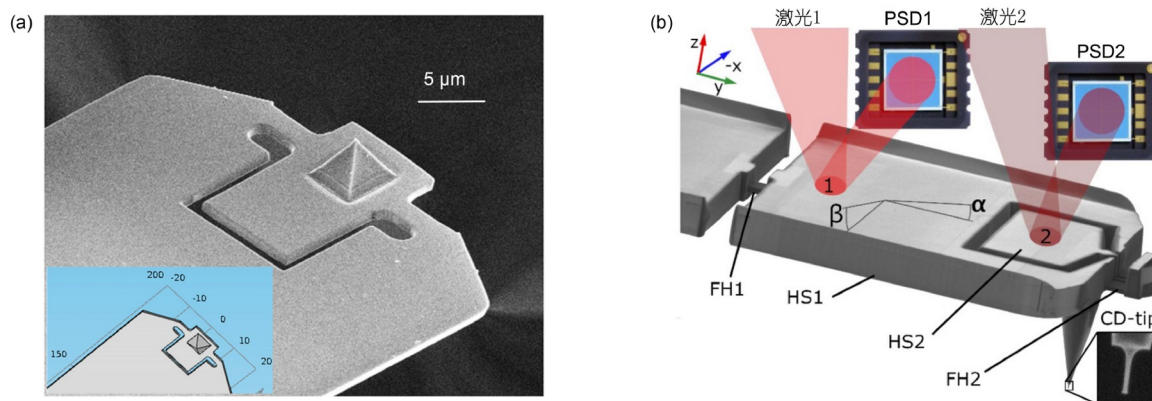


图 29 (网络版彩图) 基于自定义悬臂探针的三维表面形貌测量方法^[124,125]。(a) 具有三维灵敏度的氮化硅微悬臂探针设计图及其电子显微镜图; (b) 在三维方向上具有准各向同性刚度的纳米探针结构示意图

Figure 29 (Color online) 3D surface topography mapping method based on the probe with a customized cantilever. (a) Design and its SEM image of the silicon nitride microcantilever with 3D sensitivity; (b) schematic of the nanoprobe with quasi-isotropic 3D stiffness^[124,125]. Copyright©2014, IOP and Copyright©2020, IOP.

表面形貌测量、基于组装式探针的三维形貌测量、基于卡尺式双探针的三维表面形貌测量、360°全方位三维表面形貌测量以及基于特殊探针的三维表面形貌测量等方法。表2总结了原子力显微镜三维表面形貌测量方法的优势与局限性。

倾斜式AFM三维表面形貌测量方法包括倾斜样品与倾斜探针两种系统配置形式, 成像分辨率高, 无需

特别的探针校准与加工过程, 采用常见的商用探针即可方便执行。但是, 这类方法在一次倾斜旋转过程中只能测量一面侧壁, 完整三维结构表面形貌成像需要重新设定倾斜角度并进行二次扫描, 繁琐的系统配置以及图像拼接处理过程, 会导致扫描结果中误差增大。

基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法能够在一

表 2 多元化AFM三维表面形貌测量方法的优缺点
Table 2 Advantages and disadvantages of multiple AFM 3D surface topography measurement methods

AFM三维表面形貌测量方法类型	优点	缺点
倾斜式AFM三维表面形貌测量方法	测量分辨率高, 采用常规商用探针即可实现测量, 易执行	一次倾斜仅能测量一面侧壁, 完整的三维结构表面成像需要两次对称角度倾斜, 系统配置复杂, 需要图像拼接处理
基于裙摆探针的三维表面形貌测量方法	一次连续扫描即可实现完整的三维结构表面成像, 不存在图像拼接误差	需特殊探针制备, 测量分辨率低
基于组装式探针的三维表面形貌测量方法	测量分辨率高, 方法改进灵活性强	组装探针批量化制备难, 定制化探针应用场景专门化
基于卡尺式双探针的三维表面形貌测量方法	测量分辨率高, 一次连续扫描即可实现完整的三维结构表面成像, 测量效率高	双探针测量系统配置集成复杂, 需要预扫描以保证双探针针尖位置精确对准
360°全方位AFM三维表面形貌测量方法	测量分辨率高, 可实现三维微纳结构全方位表面形貌成像	需要继承旋转台, 测量结果可能引入图像拼接误差
基于特殊探针的三维表面形貌测量方法	测量分辨率高, 三维测量灵敏度高, 可探测范围大	探针制备困难, 易损坏

次扫描过程中实现三维微纳表面形貌的整体成像, 不存在图像拼接误差。但是, 这种方法需要制备特殊探针, 裙摆探针的开口式针尖折损率高, 测量结果中包含由于探针针尖引入的几何卷积误差, 过大的针尖曲率半径会降低成像分辨率。

基于组装式探针的三维表面形貌测量方法分辨率高, 灵活性强, 可在多种复杂条件下执行三维微纳结构表面形貌扫描。但组装式探针制备过程复杂, 不易实现批量化制备, 且单个探针专用性强。

基于卡尺式双探针的三维表面形貌测量方法能够连续扫描相邻或相对的侧壁, 不会引入图像拼接误差, 成像效率高, 具有较高的测量分辨率和准确性。但是, 这类方法需要复杂的双探针伺服反馈控制模块, 同时需要精确对准双探针针尖相对位置, 完成零参考坐标点的初始化。

360°全方位三维表面形貌测量方法可以实现三维微纳结构的高分辨率全方位三维表面形貌成像。但是, AFM系统中需要集成旋转样品台, 且需要对各个角度下得到的扫描数据进行图像拼接, 不适用于无特征点的三维表面形貌表征。

基于特殊探针的三维表面形貌测量方法形式多样化, 大多能够实现高分辨率成像, 其中典型的碳纳米管针尖探针能够探测密度较高、深度较大的三维微纳结构, 但是, 该类探针的制造加工难度大, 且超尖锐针尖极易在测量过程中遭受冲击力损坏。

不同的三维表面形貌检测方法具有各自的技术优势, 也存在各自不可避免的测量局限性。因此, 在实际

应用过程中需要根据待测三维微纳结构特征选择合适的检测方法。

4 三维表面电势与纳米力学特性表征方法

近年来, 三维表面电势与纳米力学特性表征技术发展逐渐引起广泛关注。三维微纳表面电学与力学特性表征, 有助于推动新材料与新技术的进步。通过三维微纳表面电势测量, 可以深入理解材料的电学性质, 如电荷分布与载流子运输状态等, 这对于研究三维微纳电子器件的电学性能至关重要。而对三维微纳表面力学参数的表征, 则能够揭示三维微纳结构与材料在纳米尺度下的力学行为, 这对于高性能纳米材料的开发和三维微纳结构的设计具有重要意义。基于原子力显微镜(AFM)技术所提出的原子力显微镜三维表面电势与纳米力学特性表征方法, 具有纳米级高分辨率三维微纳表面多参数表征能力, 在电子半导体、光电器件、生物材料等研究领域展现出强大的可开发潜力。

本节将概述三维微纳表面电学特性与三维微纳表面力学特性测量方法的研究现状, 并简要分析推进原子力显微镜三维表面电势与纳米力学特性表征发展的必要性。

4.1 三维微纳表面电势表征方法

功函数和表面电势是描述材料电子结构和表面性质的关键参数, 在三维微纳电子器件功能机理分析中发挥着重要作用。三维微纳电子器件材料的功函数或

者表面电势, 与特定条件下器件内部所产生的物理和化学变化等关键信息直接相关。

在采用分区多层介质材料结构组成的激光器中, 其垂直腔表面具有多个量子阱/量子点。在量子阱/量子点区域中电荷累积, 多层结构间成分掺杂分布, 以及不同介质界面间载流子运输等都与器件性能直接相关, 而这些状态可以通过采集不同区域功函数或者表面电势来进行量化分析^[126]。在复合半导体器件中, 通过测量表面电势明确器件中各种材料成分分布、能带结构变化以及掺杂状态等关键信息, 这对于评估复合半导体器件光电性能而言十分必要^[127]。通过检测表面电势变化, 可以深入研究微纳三维电极^[128]、鳍式场效应晶体管^[129]、染料敏化太阳能电池^[130]等多种新兴分层堆叠式电子微纳器件界面层状态、阈值电流、阈值电压、功耗问题等, 以便进一步改善器件制作工艺, 提高器件电学性能。此外, 通过测量表面电势可以明确器件工作时内部结构中的电气短路情况, 还可以为掩模蚀刻工艺过程中判断多层堆叠体厚度提供新的技术方法^[131]。综上所述, 三维微纳电子器件材料的功函数和表面电势提供了关键的界面信息, 为理解材料性能、优化器件设计以及应对三维微纳电子器件在不同工作环境条件的挑战提供了重要线索, 持续推进三维微纳表面电势表征方法研究对于推动现代微电子科技发展

而言意义重大。

2012年, Bayerl和Wang^[132]利用KPFM技术研究了平面内变形氧化锌纳米线的压电性能, 并将所提出的表面电势映射技术称之为“三维KPFM”, 其原理是根据探针在远离样品表面的某设定点的运动状态来确定表面电势大小, 图30(a)为KPFM三维空间压电电势测量示意图。2015年, Collins等人^[133]利用KPFM技术研究了样品上方空间电势分布情况, 图30(b)为力-体积带激励KPFM方法示意图及其在50 nm高度的空间电势表征结果。同年, Castañeda-Urbe等人^[134]利用KPFM技术, 基于样品与针尖之间电容值随着距离不断变化的原理获得了亚表面内部的碳纳米管空间分布图, 图30(c)为聚合物中碳纳米管分布亚表面成像系统及其表征结果。

2019年, Mucientes等人^[135]在第22届非接触原子力显微镜国际会议中指出KPFM技术具有应用于三维叠层结构研究的实用价值, 同时, 使用惰性氦离子束对三维堆叠材料构成的垂直腔面发射激光器进行横截面抛光, 在样品上切割得到了一个开放式斜平面并保留了其三维结构中的电子与晶体特性。随后利用传统KPFM技术完成了对该斜面局部表面电势的映射成像, 图30(d)为离子束抛光横截面的加工示意图与KPFM表征结果。该项研究通过测量器件截面电势参数, 解释了

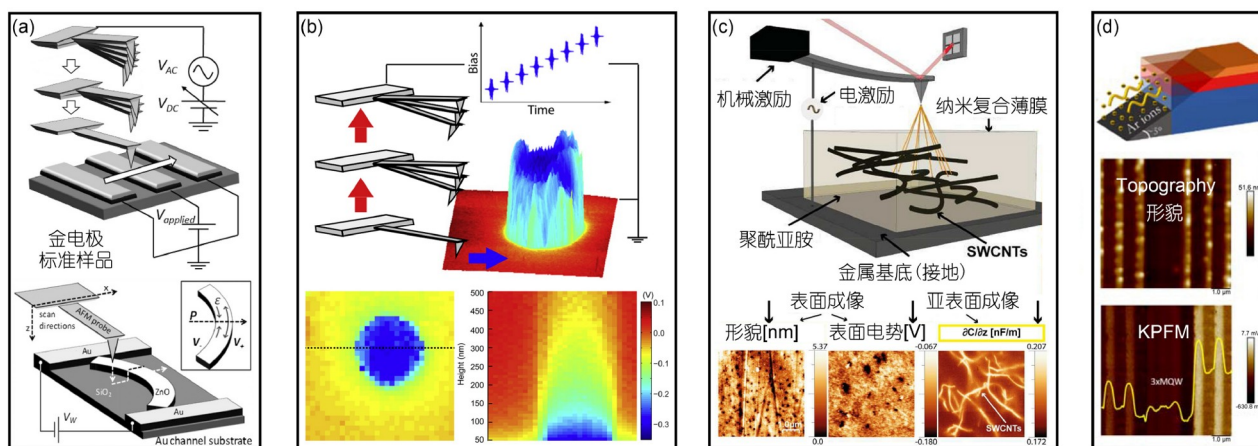


图 30 (网络版彩图) 三维表面电势测量技术^[132-135]. (a) KPFM 三维空间压电电势测量示意图; (b) 力-体积带激励 KPFM 方法示意图及其在 50 nm 高度的空间电势表征结果; (c) 聚合物中碳纳米管分布亚表面成像系统及其表征结果; (d) 离子束抛光横截面的加工示意图与 KPFM 表征结果

Figure 30 (Color online) 3D surface potential measurement methods. (a) Schematic of the 3D KPFM for characterization of the in-plane piezoelectric potential; (b) schematic of the 3D surface potential mapping method with force volume band excitation KPFM with the electrostatic force detection results collected at 50 nm distance and corresponding cross sectional data; (c) system and mapping results of the sub-surface characterization for carbon nanotubes distributed in polymer; (d) schematic of the ion beam polished processing and the KPFM measurement results of the cross-section^[132-135]. Copyright©2011, Wiley-VCH, Copyright©2015, IOP, Copyright©2012, ACS, Copyright©2019, Lancaster University.

该激光器堆叠结构间材料的掺杂情况以及有源三量子阱区域内电荷积累情况. 然而, 该方法难以保持三维微纳器件结构的原始特性, 所得叠层器件的横截面极易受到机械加工的破坏, 对加工技术要求高, 在未来发展十分受限.

2023年, Zhang等人^[136]提出了一种基于双探针AFM的KPFM技术, 实现了三维空间内动态弯曲氧化锌微米线的原位压电势测量. 该技术不仅可以通过可控的轴向旋转表征自然状态下氧化锌微结构不同晶面上的表面电位, 还可以研究动态弯曲状态下氧化锌微米线上不同位置点和不同应变载荷下的压电势变化, 为进一步研究压电材料提供了重要的检测方法. 上述研究推动了空间KPFM测量技术的发展, 但尚未真正突破维度限制.

2022年, Geng等人^[137]提出了一项基于正交悬臂探针的KPFM三维表面电势检测技术, 结合弯曲、扭转以及基于矢量跟踪的三维扫描三种工作模式, 实现了三维微纳电子器件的全方位表面电势表征, 突破了表面电势表征技术发展的空间限制问题, 填补了三维微纳表面电势原位检测方法欠缺的空白.

随着半导体器件尺寸不断缩减, 三维微纳结构检测技术研究变得日益重要. 场效应管、太阳能电池以及三维电极等具有堆叠结构的器件性能与其内部电学性质紧密相关^[138,139], 开发三维微纳表面电势表征方法是进一步探索三维微纳电子器件机理性质, 改良器件结构, 改善微纳制造工艺水平, 提升器件性能质量的关键, 真正实现三维微纳表面电势测量将为新型电子器件研发提供强大助力, 面向三维微纳结构表面电势测量的KPFM空间扫描成像方法有待被进一步深入研究.

4.2 三维微纳表面力学特性表征方法

随着半导体集成电路尺寸的缩小, 三维微纳器件的出现对三维微纳加工技术提出了较高的工艺要求. 在对三维微纳器件进行微加工和微组装的过程中, 微夹持器的表面力学状态, 如表面黏附力大小等, 会严重影响其对三维微零件抓取、转移与释放的效率及准确性^[140,141]. 组装式三维器件结构间接触面存在的摩擦力极易造成表面磨损, 缩短微型设备的使用寿命^[142]. 此外, 在常见的三维堆叠式微纳结构中, 不同叠层材料间受晶格取向以及加工工艺的影响, 容易出现残余

应力集中的问题^[143], 这些因素会导致三维微纳器件功能稳定性降低. 三维微纳表面力学特性检测能够实现三维微纳器件内部力学状态的量化分析, 进而辅助改善和提升三维微纳电子器件加工工艺水平. 目前有研究指出, 可以通过涂层技术, 控制改变微夹持器与微操作器件对象之间接触面的力学状态^[144], 进而提高三维微纳器件加工组装的效率. 三维微纳表面力学特性表征技术能够为这类涂层改性方法研究提供强有力的检测手段支持, 具有其特殊的应用价值.

基于AFM的纳米力学特性表征技术能够实现高分辨率测量, 并具有相互作用力可视化检测效果. 深入发展面向三维表面检测的AFM力学成像技术, 在进一步探索微纳表面形貌与微纳表面力学性能相关性研究中具有重大意义.

经过调查分析, 目前所实现的三维表面纳米力学性能测量主要面向生物样品^[145,146], 且未实现三维空间扫描方式上的突破, 图31(a)为胶体探针测量细胞力学特性示意图及细胞表面力学参数成像结果. 针对半导体三维微纳表面力学特性表征方法的探索十分有限, 相关研究中通过惰性离子切割技术与相关力学表征技术结合的方式, 实现了三维堆叠器件结构中叠层材料界面间力学特性状态转变的量化分析^[147,148], 图31(b)为离子束抛光横截面加工示意图与三维微纳器件叠层截面的纳米力学特性表征结果. 该方法存在一定破坏性, 即对加工后三维微纳结构表面力学特性的检测并非理想的原位成像, 所得力学特性测量结果中包含了由于机械加工引入的力学特性干扰误差.

就当下的三维表面检测技术来看, 面向三维表面纳米力学特性表征的AFM方法十分有限. 2020年, Wen等人^[105]利用多自由度纳米运动控制平台, 实现了对数十微米直径毛发的360°全周表面力学特性表征, 验证了各向异性材料三维微纳表面形貌与表面纳米力学特性的相关性. 2022年, Efremov课题组^[149]使用集成有大长径比碳纳米管尖端的微悬臂探针, 研究了活细胞的亚细胞和亚核结构, 完成了对生物样品表面纳米力学特性的三维映射成像实验. 2023年, Kontomaris等人^[150]提出了一种基于平均杨氏模量算法和AFM压痕法的纳米力学特性三维空间表征方法, 利用该方法实现了非均质生物材料样品在三维空间中的纳米力学特性映射, 并研究了随着压痕深度增加, 生物样品软化或硬化行为以及材料均匀程度的变化规律, 推进了纳米

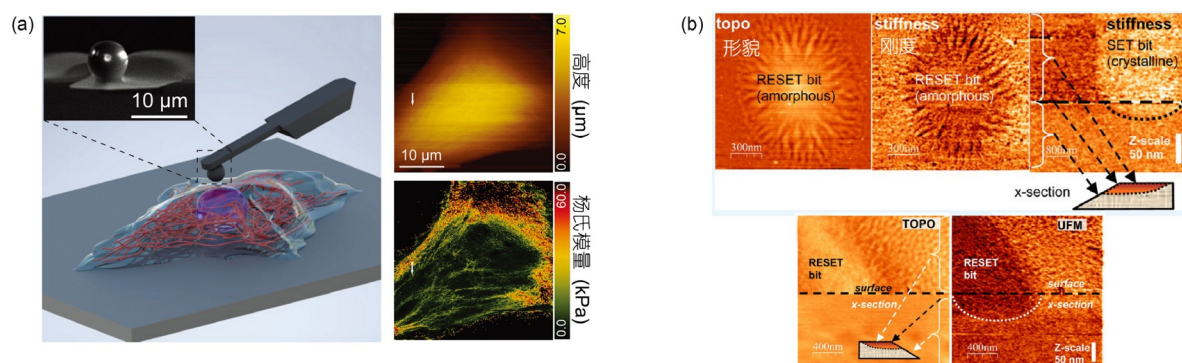


图 31 (网络版彩图)三维表面纳米力学特性测量技术^[146,147]. (a) 胶体探针测量细胞力学特性示意图及细胞表面力学参数成像结果; (b) 离子束抛光横截面的加工示意图与纳米力学特性表征结果

Figure 31 (Color online) 3D surface nanomechanical properties measurement methods. (a) System schematic based on the colloidal probe and mechanical properties measurement results; (b) schematic of the ion beam polished processing and the nanomechanical properties measurement results of the cross-section ^[146,147]. Copyright©2021, RSC and Copyright©2013, ACS.

级生物材料力学特性三维空间表征技术的发展. 基于AFM峰值力控制模式的三维表面检测技术主要被应用于三维表面形貌检测中^[151], 虽然存在针对三维特征结构表面力学特性表征的360°全方位AFM成像系统, 但该技术并不能很好地适用于微阵列等具有密集三维特征样品的表面力学特性测量. 2022年, Geng等人^[152]采用正交悬臂探针实现了微梳结构和微阵列单元侧壁表面形貌与黏附力的同步扫描成像, 验证了器件侧壁黏附力与表面粗糙度之间的相关性, 为改良三维微纳电子器件制造工艺提供了参考数据. 2023年, 该小组进一步提出了基于正交悬臂探针的三维表面纳米力学特性表征方法^[153], 实现了黏附力、等效杨氏模量、刚度、能量耗散和形貌的多参数同步空间映射, 突破了纳米力学特性表征技术发展的空间限制问题, 为未来三维微纳电子器件功能机理研究提供了必要的检测技术支持. 开发适用性更强的三维微纳表面力学特性表征方法, 以满足当下三维微纳电子器件制造工艺需求, 是未来三维微纳表面多参数检测技术深入发展的必经之路.

5 结论

AFM是一项具有原子级高分辨率的微纳检测技术, 在AFM测量系统中, 通过反馈控制探针与样品之间的相互作用力大小, 可以获得微纳样品表面的形貌信息; 结合开尔文方法, 通过反馈控制探针与样品之

间的长程静电力大小, 可以获得微纳样品表面电势信息; 通过实时采集AFM测量过程中探针与样品间相互作用时产生的力-位移曲线, 调控探针与样品之间的峰值力大小, 可以获得微纳样品表面诸多纳米力学特性参数, 包括杨氏模量、黏附力、样品刚度以及相互作用过程中的能量耗散状态等信息.

AFM具有强大的微纳表面特性检测能力, 传统AFM方法主要面向二维微纳表面特性表征, 随着微纳制造工艺的升级与半导体电路集成密度需求的提高, 三维微纳结构出现并蓬勃发展开来, 基于AFM的三维表面多参数检测技术开发逐渐受到了众多研究领域的广泛关注. 常规AFM系统配置能够实现包括表面形貌、表面电势、表面黏附力、表面杨氏模量等多种微纳表面特性的定量表征, 但基于AFM所开发的三维表面多参数检测技术, 主要发展了三维表面形貌测量方法, 针对其他三维表面特性检测方法的发展仍然存在局限性.

事实上, 在已开发三维微纳表面形貌测量方法的基础上, 结合KPFM系统配置单元与三维扫描控制算法, 可进一步发展真正突破空间维度限制的三维表面电势成像技术. 在AFM三维表面形貌测量系统中, 通过采集探针与样品表面间的力-位移曲线, 结合相关数据分析与力学模型拟合, 理论上可以获得三维微纳结构表面的纳米力学特性分布. 除线边缘粗糙度、线宽、侧壁倾角、侧壁粗糙度等关键尺寸对三维微纳器件的性能存在影响外, 三维表面电势以及三维表面纳

米力学特性等特性参数, 同样是三维微纳器件内部功能特性的重要体现形式. 实现三维微纳表面电势与三维微纳表面力学特性检测, 能够进一步开拓AFM技术的应用范围, 完善AFM技术的功能体系, 满足更加多样化的检测技术需求.

关于三维微纳表面特性检测技术的未来发展方向, 可以从以下两个方面继续开展深入研究:

(1) 三维微纳表面形貌、电势和力学特性的同步空间映射. 通过集成正交悬臂探针的弯曲和扭转测量方式, 结合峰值力调制模式与开尔文探针力显微镜技术, 实现三维表面形貌、力学特性和电势三种参数的同步空间映射, 开发面向功能材料力电耦合相关性研究的三维微纳表面检测方法.

研究意义: 三维微纳表面多参数同步表征方法不仅能够显著提高检测效率, 还能够提供更加全面的样品表面特性信息, 实现精确的力电耦合分析, 适用于基于复杂功能材料制备的三维微纳器件的研究, 能够为新材料新结构的设计与应用提供重要的检测技术支持.

技术难点: 制备正交悬臂探针的微纳操作技术要求较高, 多参数同步检测需要高效的数据采集与系统反馈装置, 此外, 在多参数同步检测过程中, 信号干扰

问题可能会影响表征结果准确性.

(2) 三维微纳结构亚表面特性的空间成像. 基于二次谐波开尔文探针力显微镜的电容梯度映射原理, 利用正交悬臂探针实现三维微纳结构表面以下数百纳米范围内三维亚表面特性的空间成像.

研究意义: 三维微纳结构亚表面特性成像方法能够揭示三维微纳器件内部结构和材料的特性变化, 扩展三维微纳结构表面特性检测范围. 深入了解三维微纳结构的亚表面特性, 对于研究纳米复合材料、多层结构材料等具有重要意义.

技术难点: 亚表面特性检测要求正交悬臂探针具有较高的灵敏度, 此外, 基于二次谐波开尔文探针力显微镜电容梯度映射技术的信号处理工作较为繁琐, 对数据处理系统的性能要求较高.

综上所述, 深入开发基于AFM的三维表面电势与三维表面力学特性表征方法或将成为未来三维微纳表面多参数检测技术发展的主流方向. 全面发展三维微纳表面多参数检测技术, 拓宽AFM三维表面特性表征范围, 将为改善三维微纳器件性能, 研究堆叠结构间机理问题提供更有力的检测技术支持, 对于推动半导体微纳电子技术长足发展具有重要意义.

参考文献

- Osiander R, Allen J J, George T, et al. MEMS and Microstructures in Aerospace Applications. Boca Raton: CRC press, 2018
- Bhattacharya S, Agarwal A K, Prakash O, et al. Introduction to sensors for aerospace and automotive applications. In: Bhattacharya S, Agarwal A K, Prakash O, et al., eds. Sensors for Automotive and Aerospace Applications. Singapore: Springer, 2019. 1–6
- Cui Y, Zhang Y, Huang Y, et al. Novel WiFi/MEMS integrated indoor navigation system based on two-stage EKF. *Micromachines*, 2019, 10: 198–218
- Kaisti M, Panula T, Leppänen J, et al. Clinical assessment of a non-invasive wearable MEMS pressure sensor array for monitoring of arterial pulse waveform, heart rate and detection of atrial fibrillation. *npj Digit Med*, 2019, 2: 39–48
- Nagashima J B, El Assal R, Songsasen N, et al. Evaluation of an ovary-on-a-chip in large mammalian models: Species specificity and influence of follicle isolation status. *J Tissue Eng Regen Med*, 2018, 12: e1926–e1935
- Roslan A F, Salehuddin F, M.Zain A S, et al. 3D double gate FinFET construction of 30 nm technology node impact towards short channel effect. *IJEECS*, 2018, 12: 1358
- Abbas Z, Zahra A, Olivieri M, et al. Geometry scaling impact on leakage currents in FinFET standard cells based on a logic-level leakage estimation technique. In: Proceedings of ICMEET 2017-Microelectronics, Electromagnetics and Telecommunications. Singapore, 2018. 283–294
- Kawano M, Wang X Y, Ren Q. Trench isolation technology for cost-effective wafer-level 3D integration with one-step TSV. In: Proceedings of 2020 IEEE 70th Electronic Components and Technology Conference (ECTC), Orlando, FL, USA, 2020. 1161–1166
- Milojevic D, Agrawal P, Raghavan P, et al. Ultrafine pitch 3D stacked integrated circuits: Technology, design enablement, and application. In: Franzon P D, Marinissen E J, Bakir M S, eds. Handbook of 3D Integration: Volume 4: Design, test, and thermal management. New York: John Wiley & Sons, Ltd, 2019. 21–40

- 10 Nagy D, Indalecio G, Garcia-Loureiro A J, et al. FinFET versus gate-all-around nanowire FET: Performance, scaling, and variability. *IEEE J Electron Devices Soc*, 2018, 6: 332–340
- 11 Yang H, Liu H, Song B, et al. Effects of roughness and resonant-mode engineering in all-dielectric metasurfaces. *Nanophotonics*, 2020, 9: 1401–1410
- 12 Lee S H, Lee S W, Oh T, et al. Direct observation of plasmon-induced interfacial charge separation in metal/semiconductor hybrid nanostructures by measuring surface potentials. *Nano Lett*, 2018, 18: 109–116
- 13 Wu J, Zhao J, Qiao H, et al. The new technologies developed from laser shock processing. *Materials*, 2020, 13: 1453–1472
- 14 Reichhardt C, Parsek M R. Confocal laser scanning microscopy for analysis of pseudomonas aeruginosa biofilm architecture and matrix localization. *Front Microbiol*, 2019, 10: 677
- 15 Heveran C M, Rauff A, King K B, et al. A new open-source tool for measuring 3D osteocyte lacunar geometries from confocal laser scanning microscopy reveals age-related changes to lacunar size and shape in cortical mouse bone. *Bone*, 2018, 110: 115–127
- 16 Zou Y B, Khan M S S, Li H M, et al. Use of model-based library in critical dimension measurement by CD-SEM. *Measurement*, 2018, 123: 150–162
- 17 Charley A, Leray P, Lorusso G, et al. Advanced CD-SEM solution for edge placement error characterization of BEOL pitch 32 nm metal layers. In: Proceedings of SPIE Advanced Lithography, San Jose, 2018. 267–273
- 18 Kenslea A, Hakala C, Zhong Zhenxin, et al. CD-TEM: Characterizing impact of TEM sample preparation on CD metrology. In: Proceedings of 2018 29th Annual SEMI Advanced Semiconductor Manufacturing Conference (ASMC), 2018. 324–327
- 19 Baumann F H, Popielarski B, Lu Y, et al. Extension of CD-TEM towards 3D elemental mapping. *IEEE Trans Semicond Manufact*, 2020, 33: 346–351
- 20 Hüser L, Lehmann P. Microsphere-assisted interferometry with high numerical apertures for 3D topography measurements. *Appl Opt*, 2020, 59: 1695
- 21 Lu W, Chen S, Guo J, et al. 3D surface topography measurement of diffractive optical element based on white light interferometry stitching method. In: Proceedings of 10th International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies (AOMATT 2021), 2021. 184–190
- 22 Kowalczyk P, Piña-Salazar E Z, Kain Kirkensgaard J J, et al. Reconstructing the fractal clusters of detonation nanodiamonds from small-angle X-ray scattering. *Carbon*, 2020, 169: 349–356
- 23 Zienkiewicz-Strzałka M, Deryło-Marczewska A, Skorik Y A, et al. Silver nanoparticles on chitosan/silica nanofibers: Characterization and antibacterial activity. *Int J Mol Sci*, 2019, 21: 166–185
- 24 Bao T, Zerrade A. Advanced CD AFM metrology for 3D critical shape and dimension control of photomask etch processing. In: Proceedings of SPIE Photomask Technology, Monterey, 2006. 1179–1188
- 25 Thiesler J, Ahbe T, Tutsch R, et al. True 3D nanometrology: 3D-probing with a cantilever-based sensor. *Sensors*, 2021, 22: 314–336
- 26 Vaid A, Yan B B, Jiang Y T, et al. A holistic metrology approach: hybrid metrology utilizing scatterometry, CD-AFM, and CD-SEM. In: Proceedings of SPIE Advanced Lithography, San Jose, 2011. 21–40
- 27 Salapaka S M, Salapaka M V. Scanning probe microscopy. *IEEE Control Syst Mag*, 2008, 28: 65–83
- 28 Binnig G, Quate C F, Gerber C. Atomic force microscope. *Phys Rev Lett*, 1986, 56: 930–933
- 29 Liu M X, Li S C, Zha Z Q, et al. Research progress and applications of qPlus noncontact atomic force microscopy (in Chinese). *Acta Physico-Chim Sin*, 2017, 33: 183–197 [刘梦溪, 李世超, 查泽奇, 等. qPlus型非接触原子力显微技术进展及前沿应用. 物理化学学报, 2017, 33: 183–197]
- 30 Mirzaeinia, S, Yousefi, R. Atomic Force Microscopy (AFM). Department of Biology, College of Science, Shiraz University, 2018
- 31 Hrouzek M. Atomic Force Microscopy, modeling, estimation and control. Doctor Thesis. Grenoble: Université Joseph Fourier, 2007
- 32 Meyer G, Amer N M. Novel optical approach to atomic force microscopy. *Appl Phys Lett*, 1988, 53: 1045–1047
- 33 Bushan B. Springer Handbook of Nanotechnology. Berlin: Springer, 2017
- 34 Shang G, Qiu X, Wang C, et al. Analysis of lateral force contribution to the topography in contact mode AFM. *Appl Phys A-Mater Sci Processing*, 1998, 66: S333–S335
- 35 García R. Dynamic atomic force microscopy methods. *Surf Sci Rep*, 2002, 47: 197–301
- 36 Martin Y, Williams C C, Wickramasinghe H K. Atomic force microscope—force mapping and profiling on a sub 100-Å scale. *J Appl Phys*, 1987,

- 61: 4723–4729
- 37 Albrecht T R, Grütter P, Horne D, et al. Frequency modulation detection using high- Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *J Appl Phys*, 1991, 69: 668–673
 - 38 Kelvin L L. Continuity in undulatory theory of condensational-rare-factional waves in gases, liquids, and solids, of distortional waves in solids, of electric waves in all substances capable of transmitting them, and of radiant heat, visible light, ultra-violet light. *Philos Mag*, 1898, 46: 494–500
 - 39 Hölzl J, Schulte F K. Work function of metals. In: Hölzl J, Schulte F K, Wagner H., eds. *Solid Surface Physics*. Berlin: Springer, 2006. 1–150
 - 40 Lee H, Lee W, Lee J H, et al. Surface potential analysis of nanoscale biomaterials and devices using Kelvin probe force microscopy. *J NanoMaterials*, 2016, 2016: 1–21
 - 41 Zisman W A. A new method of measuring contact potential differences in metals. *Rev Sci Instruments*, 1932, 3: 367–370
 - 42 Weaver J M R, Abraham D W. High resolution atomic force microscopy potentiometry. *J Vacuum Sci Tech B-Microelectron Nanometer Struct Processing Measurement Phenomena*, 1991, 9: 1559–1561
 - 43 Nonnenmacher M, O'Boyle M P, Wickramasinghe H K. Kelvin probe force microscopy. *Appl Phys Lett*, 1991, 58: 2921–2923
 - 44 Ma Z M, Kou L, Naitoh Y, et al. The stray capacitance effect in Kelvin probe force microscopy using FM, AM and heterodyne AM modes. *Nanotechnology*, 2013, 24: 225701
 - 45 Li C, Minne S, Hu Y, et al. PeakForce Kelvin probe force microscopy. Bruker Appl Note, Bruker Nano Surfaces Divison, Santa Barbara CA USA, 2013. 1–14
 - 46 Xie H, Zhang H, Hussain D, et al. Multiparametric Kelvin probe force microscopy for the simultaneous mapping of surface potential and nanomechanical properties. *Langmuir*, 2017, 33: 2725–2733
 - 47 Li G, Mao B, Lan F, et al. Practical aspects of single-pass scan Kelvin probe force microscopy. *Rev Sci Instruments*, 2012, 83: 113701
 - 48 Masatoshi Yasutake M Y. Improvement of Kelvin probe force microscope (KFM) system. *Jpn J Appl Phys*, 1995, 34: 3403–3405
 - 49 Jacobs H O, Knapp H F, Müller S, et al. Surface potential mapping: A qualitative material contrast in SPM. *Ultramicroscopy*, 1997, 69: 39–49
 - 50 Heinz W F, A-Hassn E, Hoh J H. Applications of force volume imaging with atomic force microscopes. Veeco Instruments Inc, Bruker Nano Surfaces Divison, Santa Barbara CA USA, 2004. 20
 - 51 Yang Y, Xiao X, Peng Y, et al. The comparison between force volume and peakforce quantitative nanomechanical mode of atomic force microscope in detecting cell's mechanical properties. *Microsc Res Tech*, 2019, 82: 1843–1851
 - 52 Rosa-Zeiser A, Weilandt E, Hild S, et al. The simultaneous measurement of elastic, electrostatic and adhesive properties by scanning force microscopy: Pulsed-force mode operation. *Meas Sci Technol*, 1997, 8: 1333–1338
 - 53 Pittenger B, Erina N, Su C. Quantitative mechanical property mapping at the nanoscale with PeakForce QNM. Application Note Veeco Instruments Inc, Bruker Nano Surfaces Divison, Santa Barbara CA USA, 2010. 1–11
 - 54 Ren M, Shi T, Corr D J, et al. Mechanical properties of micro-regions in cement-based material based on the PeakForce QNM mode of AFM. *J Wuhan Univ Technol Mat Sci Edit*, 2019, 34: 893–899
 - 55 Meng X, Zhang H, Song J, et al. Simultaneously measuring force and displacement: Calibration of magnetic torque actuated microcantilevers for nanomechanical mapping. *IEEE Sens J*, 2018, 18: 2682–2689
 - 56 Ray A, Passiu C, Nasuda M, et al. Reactive-oxygen-species-mediated surface oxidation of single-molecule DNA origami by an atomic force microscope tip-mounted C_{60} photocatalyst. *ACS Nano*, 2021, 15: 19256–19265
 - 57 Lv X, Fan W, Wang J, et al. Study on adhesion of asphalt using AFM tip modified with mineral particles. *Construc Build Mater*, 2019, 207: 422–430
 - 58 Patel A N, Kranz C. (Multi)functional atomic force microscopy imaging. *Annu Rev Anal Chem*, 2018, 11: 329–350
 - 59 Hertz H. Ueber die Berührung fester elastischer Körper. *J Reine Angew Math*, 1882, 92: 156–171
 - 60 Sneddon I N. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int J Eng Sci*, 1965, 3: 47–57
 - 61 Zdunek A, Kurenda A. Determination of the elastic properties of tomato fruit cells with an atomic force microscope. *Sensors*, 2013, 13: 12175–12191
 - 62 Derjaguin B V, Muller V M, Toporov Y P. Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *J Colloid Interface Sci*, 1975, 53: 314–326

- 63 Johnson K L, Kendall K, Roberts A D. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proc R Soc Lond A*, 1971, 324: 301–313
- 64 Shi X, Xue S, Marhaba T, et al. Probing internal pressures and long-term stability of nanobubbles in water. *Langmuir*, 2021, 37: 2514–2522
- 65 Li M, Xi N, Liu L. Peak force tapping atomic force microscopy for advancing cell and molecular biology. *Nanoscale*, 2021, 13: 8358–8375
- 66 Meng X, Zhang H, Song J, et al. Broad modulus range nanomechanical mapping by magnetic-drive soft probes. *Nat Commun*, 2017, 8: 1944–1953
- 67 Lozano J R, Garcia R. Theory of phase spectroscopy in bimodal atomic force microscopy. *Phys Rev B*, 2009, 79: 014110
- 68 Paulo Á S, García R. Tip-surface forces, amplitude, and energy dissipation in amplitude-modulation (tapping mode) force microscopy. *Phys Rev B*, 2001, 64: 193411
- 69 Amo C A, Garcia R. Fundamental high-speed limits in single-molecule, single-cell, and nanoscale force spectroscopies. *ACS Nano*, 2016, 10: 7117–7124
- 70 Cho S J, Ahn B W, Kim J, et al. Three-dimensional imaging of undercut and sidewall structures by atomic force microscopy. *Rev Sci Instruments*, 2011, 82: 023707
- 71 Kizu R, Misumi I, Hirai A, et al. Accurate vertical sidewall measurement by a metrological tilting-AFM for reference metrology of line edge roughness. In: *Proceedings of SPIE Advanced Lithography*, San Jose, 2019. 451–458
- 72 Kizu R, Misumi I, Hirai A, et al. Development of a metrological atomic force microscope with a tip-tilting mechanism for 3D nanometrology. *Meas Sci Technol*, 2018, 29: 075005
- 73 Fouchier M, Pargon E, Bardet B. An atomic force microscopy-based method for line edge roughness measurement. *J Appl Phys*, 2013, 113: 104903
- 74 Foucher J, Thérèse R, Lee Y, et al. Introduction of next-generation 3D AFM for advanced process control. In: *Proceedings of SPIE Advanced Lithography*, San Jose, 2013. 45–52
- 75 Murayama K, Gonda S, Koyanagi H, et al. Side-wall measurement using tilt-scanning method in atomic force microscope. *Jpn J Appl Phys*, 2006, 45: 5423–5428
- 76 Murayama K, Gonda S, Koyanagi H, et al. Three-dimensional metrology with side-wall measurement using tilt-scanning operation in digital probing AFM. In: *Proceedings of SPIE 31st International Symposium on Advanced Lithography*, San Jose, 2006. 416–423
- 77 Xie H, Hussain D, Yang F, et al. Atomic force microscope caliper for critical dimension measurements of micro and nanostructures through sidewall scanning. *Ultramicroscopy*, 2015, 158: 8–16
- 78 Xie H, Hussain D, Yang F, et al. Atomic force microscopy deep trench and sidewall imaging with an optical fiber probe. *Rev Sci Instruments*, 2014, 85: 123704
- 79 Xie H, Hussain D, Yang F, et al. Development of three-dimensional atomic force microscope for sidewall structures imaging with controllable scanning density. *IEEE ASME Trans Mechatron*, 2016, 21: 316–328
- 80 Kizu R, Misumi I, Hirai A, et al. Enhancing the precision of 3D sidewall measurements of photoresist using atomic force microscopy with a tip-tilting technique. *J Appl Phys*, 2023, 133: 065302
- 81 Ju B F, Chen Y L, Zhang W, et al. Rapid measurement of a high step microstructure with 90° steep sidewall. *Rev Sci Instruments*, 2012, 83: 013706
- 82 Martin Y, Wickramasinghe H K. Method for imaging sidewalls by atomic force microscopy. *Appl Phys Lett*, 1994, 64: 2498–2500
- 83 Liu H, Klonowski M, Kneeburg D, et al. Advanced atomic force microscopy probes: Wear resistant designs. *J Vacuum Sci Tech B-Microelectron Nanometer Struct Processing Measurement Phenomena*, 2005, 23: 3090–3093
- 84 Liu H C, Osborne J R, Dahlen G A, et al. Recent CD AFM probe developments for sub-45 nm technology nodes. In: *Proceedings of SPIE Advanced Lithography*, San Jose, 2008. 874–880
- 85 Nanda G, van Veldhoven E, Maas D, et al. Helium ion beam induced growth of hammerhead AFM probes. *J Vacuum Sci Tech B Nanotechnol Microelectron Mater Processing Measurement Phenomena*, 2015, 33: 06F503
- 86 Foucher J, Schmidt S W, Penzkofer C, et al. Overcoming silicon limitations: new 3D-AFM carbon tips with constantly high-resolution for sub-28nm node semiconductor requirements. In: *Proceedings of SPIE Advanced Lithography*, San Jose, 2012. 964–969
- 87 Dai G, Xu L, Hahm K. Accurate tip characterization in critical dimension atomic force microscopy. *Meas Sci Technol*, 2020, 31: 074011
- 88 Dixon R, Ng B P, Bonnaud X, et al. Interactions of higher order tip effects in critical dimension-AFM linewidth metrology. *J Vacuum Sci Tech B Nanotechnol Microelectron Mater Processing Measurement Phenomena*, 2015, 33: 031806

- 89 Dixon R G, Orji N G, Goldband R S. Lateral tip control effects in critical dimension atomic force microscope metrology: The large tip limit. *J Micro Nanolith MEMS MOEMS*, 2016, 15: 014003
- 90 Bao Tianming, Zerrade A. Advanced CD AFM metrology for 3D critical shape and dimension control of photomask etch processing. In: *Proceedings of SPIE Photomask Technology*, 2006. 1179–1188
- 91 Orji N G, Itoh H, Wang C, et al. Tip characterization method using multi-feature characterizer for CD-AFM. *Ultramicroscopy*, 2016, 162: 25–34
- 92 Dai G, Häbeler-Grohne W, Hüser D, et al. Development of a 3D-AFM for true 3D measurements of nanostructures. *Meas Sci Technol*, 2011, 22: 094009
- 93 Orji N G, Dixon R G, Vlădar A E, et al. Strategies for nanoscale contour metrology using critical dimension atomic force microscopy. In: *Proceedings of SPIE NanoScience + Engineering*, 2011. 20–29
- 94 de Pablo P J, Colchero J, Gómez-Herrero J, et al. Jumping mode scanning force microscopy. *Appl Phys Lett*, 1998, 73: 3300–3302
- 95 Murayama K, Gonda S, Koyanagi H, et al. Critical-dimension measurement using multi-angle-scanning method in atomic force microscope. *Jpn J Appl Phys*, 2006, 45: 5928–5932
- 96 Zhang R, Wu S, Liu L, et al. A CD probe with a tailored cantilever for 3D-AFM measurement. *Meas Sci Technol*, 2018, 29: 125011
- 97 Zhang R, Wu S, Liu L, et al. Adaptive-angle scanning method for 3D measurement with atomic force microscopy. *Meas Sci Technol*, 2019, 30: 095005
- 98 Dai G, Wolff H, Pohlenz F, et al. Atomic force probe for sidewall scanning of nano- and microstructures. *Appl Phys Lett*, 2006, 88: 171908
- 99 Geng J, Zhang H, Meng X, et al. Sidewall imaging of microarray-based biosensor using an orthogonal cantilever probe. *IEEE Trans Instrum Meas*, 2021, 70: 1–8
- 100 Zhang H, Geng J, Gao H, et al. The development of 3D atomic force microscopy with magnetically driven-orthogonal cantilever probes. *Engineering*, 2023, 24: 84–93
- 101 Mancevski V, McClure P F. Development of a dual-probe Caliper CD-AFM for near model-independent nanometrology. In: *Proceedings of SPIE's 27th Annual International Symposium on Microlithography*, Santa Clara, 2002. 83–91
- 102 Lin Y, Lo Y, Wu J, et al. A dual probes AFM system with effective tilting angles to achieve high-precision scanning. In: *Proceedings of 53rd IEEE Conference on Decision and Control*, Los Angeles, 2014. 6801–6806
- 103 Wu J, Lo Y, Liu W, et al. Adaptive tilting angles to achieve high-precision scanning of a dual probes AFM. *Asian J Control*, 2018, 20: 1339–1351
- 104 Zheng Z, Gao S, Li W, et al. Dual-probe atomic force microscopy based on tuning fork probes for critical dimension metrology. *Ultramicroscopy*, 2020, 219: 113120
- 105 Wen Y, Lu H, Shen Y, et al. Nanorobotic manipulation system for 360° characterization atomic force microscopy. *IEEE Trans Ind Electron*, 2019, 67: 2916–2924
- 106 Akhtar I, Rehman M A, Choi W, et al. Three-dimensional atomic force microscopy for ultra-high-aspect-ratio imaging. *Appl Surf Sci*, 2019, 469: 582–592
- 107 Lu H, Wen Y, Zhang H, et al. 360° multiparametric imaging atomic force microscopy: A method for three-dimensional nanomechanical mapping. *Ultramicroscopy*, 2019, 196: 83–87
- 108 Nguyen C V, Ye Q, Meyyappan M. Carbon nanotube tips for scanning probe microscopy: Fabrication and high aspect ratio nanometrology. *Meas Sci Technol*, 2005, 16: 2138–2146
- 109 Cheng B, Yang S, Li W, et al. Controlled growth of a single carbon nanotube on an AFM probe. *Microsyst Nanoeng*, 2021, 7: 80
- 110 Park B C, Jung K Y, Song W Y, et al. Atomic force microscopy with carbon nanotube tip for critical dimension measurement. In: *Proceedings of SPIE's 27th Annual International Symposium on Microlithography*, Santa Clara, 2002. 672–679
- 111 Ye Q, Cassell A M, Liu H, et al. Large-scale fabrication of carbon nanotube probe tips for atomic force microscopy critical dimension imaging applications. *Nano Lett*, 2004, 4: 1301–1308
- 112 Collier C P. Carbon nanotube tips for scanning probe microscopy. O'Connell M J, ed. *Carbon Nanotubes: Properties and Applications*. Boca Raton: CRC Press, 2018. 295–314
- 113 Wong E W, Sheehan P E, Lieber C M. Nanobeam mechanics: Elasticity, strength, and toughness of nanorods and nanotubes. *Science*, 1997, 277: 1971–1975
- 114 Dai H, Hafner J H, Rinzler A G, et al. Nanotubes as nanoprobe in scanning probe microscopy. *Nature*, 1996, 384: 147–150

- 115 Hafner J H, Cheung C L, Lieber C M. Growth of nanotubes for probe microscopy tips. *Nature*, 1999, 398: 761–762
- 116 Cooper E B, Manalis S R, Fang H, et al. Terabit-per-square-inch data storage with the atomic force microscope. *Appl Phys Lett*, 1999, 75: 3566–3568
- 117 Hafner J H, Cheung C L, Oosterkamp T H, et al. High-yield assembly of individual single-walled carbon nanotube tips for scanning probe microscopies. *J Phys Chem B*, 2001, 105: 743–746
- 118 Larsen T, Moloni K, Flack F, et al. Comparison of wear characteristics of etched-silicon and carbon nanotube atomic-force microscopy probes. *Appl Phys Lett*, 2002, 80: 1996–1998
- 119 Krohs F, Haenssler O C, Bartenwerfer M, et al. Atomic force microscopy for high resolution sidewall scans. In: Proceedings of 2014 International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO), 2014. 276–279
- 120 Krohs F, Fatikow S. Novel high-resolution sidewall imaging using standard Atomic Force Microscopy equipment: Exceeding surface scanning using customized FIB-milled AFM tips in torsional feedback mode. In: Proceedings of 2013 Seventh International Conference on Sensing Technology (ICST), 2013. 608–611
- 121 Rajendra Kumar R T, Hassan S U, Sardan Sukas O, et al. Nanobits: Customizable scanning probe tips. *Nanotechnology*, 2009, 20: 395703
- 122 Hussain D, Wen Y, Zhang H, et al. Atomic force microscopy sidewall imaging with a quartz tuning fork force sensor. *Sensors*, 2018, 18: 100
- 123 Hussain D, Song J, Zhang H, et al. Optimizing the quality factor of quartz tuning fork force sensor for Atomic Force Microscopy: Impact of additional mass and mass rebalance. *IEEE Sens J*, 2017, 17: 2797–2806
- 124 Koops R, Fokkema V. An approach towards 3D sensitive AFM cantilevers. *Meas Sci Technol*, 2014, 25: 044001
- 125 Thiesler J, Tutsch R, Fromm K, et al. True 3D-AFM sensor for nanometrology. *Meas Sci Technol*, 2020, 31: 074012
- 126 Mucientes M, Forcieri L, Jarvis S, et al. Cross-sectional nanoscale resolution mapping of potential and current distribution in 3D structure of vertical cavity surface emitting laser III-V nanostructures. In: Proceedings of 2019 Microscience Microscopy Congress (MMC), 2019
- 127 Mucientes M, Forcieri L, Jarvis S, et al. Multiphysics 3D study of CS nano-structures via SPM. In: Oral Presentation in 9th Early Stage Researchers Workshop in Nanoscience - Imdea Nanociencia, Madrid, Spain. 2019
- 128 Hirabayashi M, Logan K, Deutschman C P, et al. Investigation of interface bonding mechanisms between glassy carbon microelectrodes and polyimide substrate through fourier transform infrared spectroscopy. *J Electrochem Soc*, 2018, 165: B3060–B3070
- 129 Jang E, Shin S, Jeong J W, et al. Low leakage III-V/Ge CMOS FinFET design for high-performance logic applications with high-K spacer technology. *J Semicond Tech Sci*, 2018, 18: 295–300
- 130 Lim C K, Huang H, Tse M S, et al. Enhanced photovoltaic performance of dye-sensitized solar cell using composite photoanode on 3D electrode. In: Proceedings of SPIE Micro+Nano Materials, Devices, and Applications, 2013. 17–24
- 131 Scholze F, Laubis C, Dersch U, et al. Influence of line edge roughness and CD uniformity on EUV scatterometry for CD characterization of EUV masks. In: Proceedings of SPIE Optical Metrology, 2007. 400–409
- 132 Bayerl D J, Wang X. Three-dimensional Kelvin probe microscopy for characterizing in-plane piezoelectric potential of laterally deflected ZnO micro-/nanowires. *Adv Funct Mater*, 2012, 22: 652–660
- 133 Collins L, Okatan M B, Li Q, et al. Quantitative 3D-KPFM imaging with simultaneous electrostatic force and force gradient detection. *Nanotechnology*, 2015, 26: 175707
- 134 Castañeda-Urbe O A, Reifengerger R, Raman A, et al. Depth-sensitive subsurface imaging of polymer nanocomposites using second harmonic Kelvin probe force microscopy. *ACS Nano*, 2015, 9: 2938–2947
- 135 Kolosov O, Mucientes M, Forcieri L, et al. Nanoscale 3D potential mapping in buried semiconductor nanostructures using sideband Kelvin force probe microscopy. In: Proceedings of the 22nd International Conference on Non-contact Atomic Force Microscopy (NCAFM-22), 2019
- 136 Zhang H, Gao H, Geng J, et al. *In situ* quantification of strain-induced piezoelectric potential of dynamically bending ZnO microwires. *Small Methods*, 2023, 7: 2201342
- 137 Geng J, Zhang H, Meng X, et al. Three-dimensional Kelvin probe force microscopy. *ACS Appl Mater Interfaces*, 2022, 14: 32719–32728
- 138 Yue X Y, Ma C, Bao J, et al. Failure mechanisms of lithium metal anode and their advanced characterization technologies. *Acta Phys Chim Sin*, 2021, 37: 2005012 [岳昕阳, 马萃, 包戡, 等. 金属锂负极失效机制及其先进表征技术. 物理化学学报, 2021, 37: 2005012]
- 139 Lu Y, Ge Y, Sui M. Degradation mechanism of CH₃NH₃PbI₃-based perovskite solar cells under ultraviolet illumination. *Acta Phys Chim Sin*, 2022, 5: 2007088 [卢岳, 葛杨, 隋曼龄. 紫外光辐照下CH₃NH₃PbI₃基钙钛矿太阳能电池失效机制. 物理化学学报, 2022, 5: 2007088]
- 140 Fearing R S. Survey of sticking effects for micro parts handling. In: Proceedings of 1995 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent

Robots and Systems, 1995. 212–217

- 141 Chen B K, Zhang Y, Sun Y. Active release of microobjects using a MEMS microgripper to overcome adhesion forces. *J Microelectromech Syst*, 2009, 18: 652–659
- 142 Rosenkranz A, Costa H L, Baykara M Z, et al. Synergetic effects of surface texturing and solid lubricants to tailor friction and wear – A review. *Tribol Int*, 2021, 155: 106792
- 143 Wang H, Zhu C, Liu L, et al. Interfacial residual stress relaxation in perovskite solar cells with improved stability. *Adv Mater*, 2019, 31: 1904408
- 144 Joulaei M, Kolahdoozan M, Salehi M, et al. Comparison of the adhesion forces in single and double-layer coatings on the MEMS surfaces by JKR and DMT models. *Surf Interface Anal*, 2020, 52: 34–41
- 145 Kao A P, Connelly J T, Barber A H. 3D nanomechanical evaluations of dermal structures in skin. *J Mech Behav BioMed Mater*, 2016, 57: 14–23
- 146 Yurtsever A, Yoshida T, Badami Behjat A, et al. Structural and mechanical characteristics of exosomes from osteosarcoma cells explored by 3D-atomic force microscopy. *Nanoscale*, 2021, 13: 6661–6677
- 147 Grishin I, Huey B D, Kolosov O V. Three-dimensional nanomechanical mapping of amorphous and crystalline phase transitions in phase-change materials. *ACS Appl Mater Interfaces*, 2013, 5: 11441–11445
- 148 Kolosov O V, Dinelli F, Robson A, et al. Nanometre scale 3D nanomechanical imaging of semiconductor structures from few nm to submicrometre depths. In: Proceedings of 2015 IEEE International Interconnect Technology Conference and 2015 IEEE Materials for Advanced Metallization Conference (IITC/MAM), 2015. 43–46
- 149 Efremov Y M, Suter D M, Timashev P S, et al. 3D nanomechanical mapping of subcellular and sub-nuclear structures of living cells by multi-harmonic AFM with long-tip microcantilevers. *Sci Rep*, 2022, 12: 529
- 150 Kontomaris S V, Stylianou A, Georgakopoulos A, et al. 3D AFM nanomechanical characterization of biological materials. *Nanomaterials*, 2023, 13: 395
- 151 Timoney P, Zhang X, Vaid A, et al. Device level 3D characterization using PeakForce AFM. In: Proceedings of SPIE Advanced Lithography Metrology, San Jose, 2016. 430–437
- 152 Geng J, Li S, Zhang H, et al. Characterization of topography and adhesion of sidewall using an orthogonal cantilever probe. In: Proceedings of 2021 IEEE International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO), 2021. 431–436
- 153 Geng J, Zhang H, Meng X, et al. A 3D surface nanomechanical property mapping method with a magnetic-drive orthogonal cantilever probe. *Nanoscale*, 2023, 15: 11990–11999

Three-dimensional multi-parametric surface detection technology based on atomic force microscopy

GENG JunYuan^{1,2}, ZHANG Hao², MENG XiangHe², XIE Hui² & ZHAO Xin¹

¹ *Institute of Robotics and Automatic Information System and the Tianjin Key Laboratory of Intelligent Robotic, Nankai University, Tianjin 300350, China;*

² *The State Key Laboratory of Robotics and Systems, Harbin Institute of Technology, Harbin 150080, China*

Three-dimensional (3D) micro-nano electronic devices are gradually becoming the mainstream semiconductor component, due to their excellent compact structure and high functional density. 3D multi-parametric surface detection with quantitative analysis is especially critical to the functional quality control of these 3D micro-nano devices. As a practical detection instrument, atomic force microscopy (AFM) can realize high-resolution imaging of micro-nano surface morphology, electrical and mechanical properties through tip-sample interaction force feedback. This review summarizes the 3D multi-parametric surface detection technology based on AFM. Firstly, the AFM measurement principles of surface topography, surface potential, and surface nanomechanical properties are introduced. And then, AFM-based 3D surface topography measurement methods are demonstrated, the advantages and limitations of which are discussed simultaneously. In addition, current 3D surface potential and 3D surface nanomechanical properties mapping methods are described. The necessity of 3D surface electrical and mechanical properties detection, and the limitations of current 3D surface detection methods are analyzed. Finally, the development and challenges of 3D multi-parametric surface detection technology based on AFM in the future are prospected and briefly reported, respectively. The AFM-based 3D multi-parametric surface detection technology outlined in this paper will provide powerful technical support for promoting the functional mechanism research of 3D micro-nano electronic devices.

3D micro-nano electronic device, atomic force microscopy, 3D surface topography, 3D surface potential, 3D surface nanomechanical properties

doi: [10.1360/SST-2024-0022](https://doi.org/10.1360/SST-2024-0022)