



中华人民共和国国家标准

GB/T 36969—2018

纳米技术 原子力显微术测定 纳米薄膜厚度的方法

Nanotechnology—Method for the measurement of the nanofilm-thickness by
atomic force microscopy

2018-12-28 发布

2018-12-28 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	1
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 测试条件	2
5.1 环境条件	2
5.2 操作条件	2
6 设备	2
6.1 原子力显微镜	2
6.2 探针的选择	2
6.3 仪器的校准	2
7 样品	2
7.1 样品的制备	2
7.2 样品的清洗	2
8 测试步骤	2
8.1 采集图像数据前的准备	2
8.2 图像数据的采集	2
9 数据处理与计算	3
10 重复性和再现性	4
11 测试报告	4
附录 A (资料性附录) 薄膜台阶的制备	5
参考文献	6

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本标准起草单位:上海交通大学、纳米技术及应用国家工程研究中心。

本标准主要起草人:李慧琴、金承钰、梁齐、何丹农、韦菲菲。

纳米技术 原子力显微术测定 纳米薄膜厚度的方法

1 范围

本标准规定了使用原子力显微术(AFM)测量纳米薄膜厚度的原理、测试条件、设备、样品、测试步骤和数据处理。

本标准适用于表面均匀、平整的纳米范围厚度的无机材料薄膜。较厚的和一些有机薄膜的膜厚测定也可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 31227 原子力显微镜测量溅射薄膜表面粗糙度的方法

JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定与表示

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

原子力显微术 **atomic force microscopy**

通过检测探针和样品表面的相互作用力(吸引力或排斥力)来控制探针和样品间的距离从而获得表面形貌的扫描探针显微镜技术。

[GB/T 27760—2011,定义 3.1]

3.2

扫描长度 **scan length**

从开始到结束一次扫描的距离。

3.3

全幅扫描 **raster**

探针 y 方向上逐步移动时在 x 方向上反复扫描,也指这样的运动所扫描的区域。

[GB/T 31226—2014,定义 3.1.14]

4 原理

首先利用原子力显微镜(AFM)测试得到包含纳米薄膜台阶在内的微观形貌。原子力显微镜是使用针尖接触样品表面,用同距离有关的针尖与样品间相互作用力作为反馈,反馈系统根据检测器电压的变化不断调整针尖或样品 z 轴方向的位置,通过测量检测器电压对样品扫描位置的变化,从而得到样品的表面形貌图像(见 GB/T 31227)。然后从形貌图中计算出薄膜和其基底的高度差数值,即得到了薄膜的厚度。

5 测试条件

5.1 环境条件

大气条件下,环境温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,相对湿度不大于 60%。

5.2 操作条件

5.2.1 本测试方法假设图像是在不被表面上非固体层(如液体有机物和水汽膜)干扰下得到的。

5.2.2 开机后,等待至少 30 min,使样品和仪器处于热平衡状态。

6 设备

6.1 原子力显微镜

宜选择的测试模式有接触模式、轻敲模式和 PeakForce 模式。

6.2 探针的选择

根据选择测试模式的不同选择不同种类的探针。一般情况下,为避免接触模式下探针划伤样品表面,需选择弹性系数小于 5 N/m 的探针;而轻敲模式,需选择弹性系数大于 2 N/m 的探针;PeakForce 模式下选择大于 0.1 N/m 小于 1 N/m 的探针。

6.3 仪器的校准

选择合适的参考标准样品,按照仪器的校准程序分别进行 $x-y$ 和 z 方向的尺寸校准。

7 样品

7.1 样品的制备

纳米薄膜表面利用刻划或者其他特殊的制样方法制备出清晰并基本垂直于基底的台阶,参见附录 A。

7.2 样品的清洗

样品表面应干净平整,若有油脂和水等液体状物质和吸水性的盐分,应进行相应的清洗和烘干。

8 测试步骤

8.1 采集图像数据前的准备

开机,将样品固定在样品台上,使得探针可以扫描具有台阶的区域。根据仪器的特点进行软件和仪器的初始化设置,并选择合适的扫描模式和相应的探针。

8.2 图像数据的采集

8.2.1 确保在 x 方向上至少采集 200 个数据点, y 方向上至少采集 200 个数据点。

8.2.2 建议扫描速率 $1\text{ Hz} \sim 2\text{ Hz}$,设定扫描长度大于 $2\text{ }\mu\text{m}$,进行全幅扫描,采集扫描数据,薄膜的台阶分界线应位于图像的中间区域,例如图 1。

8.2.3 扫描含有台阶面的清洁区域,避开台阶附近堆积颗粒过密的区域。

8.2.4 如果在扫描过程中出现不连续图像或者模糊重叠等假象,表明探针被污染,应更换探针以后重复 8.2.1~8.2.3。

8.2.5 停止扫描,移动针尖或样品位置,在不同区域扫描,在最好的成像条件下重复 8.2.1~8.2.3。移动的距离不小于设定的扫描长度,以免扫描到同一区域。计算台阶高度时,至少扫描三个不同区域。如果需要的话,可根据 8.2.1~8.2.3 的方法测试其他的区域。

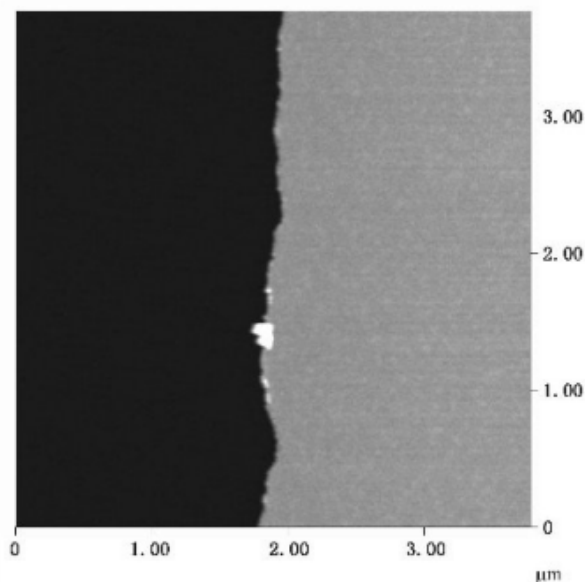


图1 镀铂薄膜台阶表面的着色形貌图(扫描长度 4 μm)

9 数据处理与计算

9.1 纳米薄膜的厚度可以从台阶的高度数据中计算出。本测试方法只允许在图像形式中用平面拟合来修正扫描弯曲,使薄膜和基底部分都比较平整。如果从图像中选择一条轮廓线,薄膜和基底的剖面线都应基本平行于中间线,如图 2。

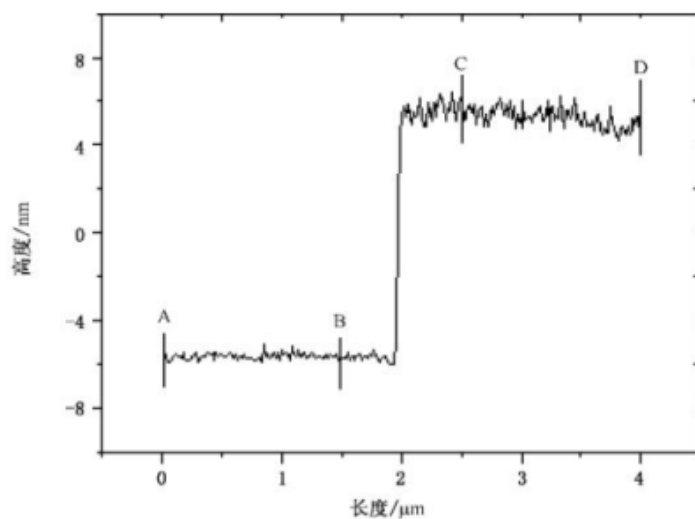


图2 从图1中得到的其中一条剖面线

9.2 所有扫描范围的数据都是在 x, y 平面上,以探针位置为函数得到的特征高度描绘而成的表面高度图,台阶高度是根据扫描得到的台阶两侧的高度差值计算出来的。由于台阶处存在倾斜等问题,需剔除台阶两侧各 5%~10% 的数据点,选择 A—B 面内和 C—D 面内的数据点进行厚度计算。

9.3 台阶高度 Z_1 计算见式(1):

$$Z_1 = \frac{1}{N_1} \sum_{i=1}^{N_1} Z_i - \frac{1}{N_2} \sum_{j=1}^{N_2} Z_j \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- N_1 ——薄膜台阶上 C—D 面内的数据点数;
- Z_i ——薄膜上 C—D 面内各点的高度,单位为纳米(nm);
- N_2 ——基底上 A—B 面内的数据点数;
- Z_j ——基底上 A—B 面内各点的高度,单位为纳米(nm)。

10 重复性和再现性

按照 JJF 1059.1—2012 中对重复性和再现性进行计算。

本测量重复性应不大于 0.1,测试重复次数应大于或等于 3;对于再现性描述,对于不同仪器、不同实验室、不同测量人员在上述实验条件下进行再现性研究,本测量再现性应不大于 4%。

11 测试报告

报告内容应包括以下信息:

- 测试日期;
- 报告编号;
- 测试者;
- 测试环境,包括温度、湿度;
- 样本标识,包括样本名称、详细描述;
- 所用仪器类型、品牌、型号;
- 所用探针的型号和曲率半径和选择的测试模式;
- 至少三个区域的着色形貌图;
- 测试结果列表包括台阶高度数值及其平均数值。

附 录 A
(资料性附录)
薄膜台阶的制备

A.1 刻划方式制备薄膜台阶

对于沉积在比较硬的基底(如抛光硅或石英)上的纳米薄膜,可以使用平边不锈钢镊子等工具在薄膜表面施加一定力刻划出一条或多条台阶,露出基底。利用原子力显微镜在台阶处扫描图像时,尽量选择基底平整,台阶边缘没有堆积的区域测试。

A.2 遮掩法制备薄膜台阶

A.2.1 遮掩板法

选择合适的遮掩板,在制备纳米薄膜时,用遮掩板挡住一部分薄膜基底,薄膜制备完成后,形成相对垂直的台阶。

A.2.2 特殊材料遮掩法

选择合适的与薄膜吸附性较弱的材料涂在一部分基底上,待纳米薄膜制备完成后,利用溶剂溶解等方法去掉涂覆的与薄膜吸附性较弱的材料,形成相对垂直的台阶。

参 考 文 献

- [1] GB/T 27760 利用 Si(111)晶面原子台阶对原子力显微镜亚纳米高度测量进行校准的方法
 - [2] GB/T 31226 扫描隧道显微术测定气体配送系统部件表面粗糙度的方法
 - [3] 白春礼,田芳,罗克.扫描力显微术.北京:科学出版社,2000.
 - [4] 彭昌盛,宋少先,谷庆宝.扫描探针显微技术理论与应用.北京:化学工业出版社,2007.
 - [5] Marcia L. lightbody, Samuel H Cohen. Atomic Force Microscopy/Scanning Tunneling Microscopy 3. Springer, 1999.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纳米技术 原子力显微术测定
纳米薄膜厚度的方法

GB/T 36969—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年1月第一版

*

书号: 155066 · 1-62165

版权专有 侵权必究



GB/T 36969—2018