



中华人民共和国国家标准

GB/T 31227—2014

原子力显微镜测量 溅射薄膜表面粗糙度的方法

Test method for the surface roughness by atomic force microscope
for sputtered thin films

2014-09-30 发布

2015-04-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

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。

本标准起草人：李慧琴、梁齐、路庆华、何丹农、张冰。

引 言

溅射技术因其能够使材料均匀致密并且大面积地按照合适的比例镀在基体表面上,而得到广泛运用,形成的薄膜表面粗糙程度对其光、电性能具有很大影响。由于其粗糙度一般处于纳米尺度,但目前已有的国家标准和国际标准都是大于微米尺度的测量方法标准,不适用这种材料表面粗糙度的测量。原子力显微镜利用一尖锐探针接触到样品表面,得到表面的高度信息,达到了纵向上优于 0.1 nm,横向上优于 1 nm 的分辨率。用原子力显微镜来测量溅射薄膜的表面粗糙度,平均标准偏差可以达到 1 nm,因而适合这种薄膜表面粗糙度的测量。

原子力显微镜测量 溅射薄膜表面粗糙度的方法

1 范围

本标准规定了使用原子力显微镜(AFM)测量表面粗糙度的方法。
本标准适用于测量溅射成膜方法生成的、平均粗糙度 Ra 小于 100 nm 的薄膜。
其他非溅射薄膜的表面粗糙度的测量可以参考此方法。

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 27760—2011 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。

3 术语和定义、符号和缩略语

3.1 术语和定义

GB/T 27760—2011 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

原子力显微镜 **atomic force microscope**
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。

3.1.2

溅射薄膜 **sputtered thin films**
利用溅射工艺在某种基体上形成的均匀的膜。

3.1.3

探针污染 **tip contaminated**
探针针尖的表面吸附上了其他物质,造成了针尖的污染。

3.2 符号和缩略语

下列符号和缩略语适用于本文件(见表 1)。

表 1 符号和缩略语

缩写和符号	说明	单位
AFM	原子力显微镜(Atomic Force Microscope)	
Mica	云母片,用于 AFM 的 x-y 方向的原子级分辨的校正	
Ra	平均粗糙度	nm
Rq	均方根偏差粗糙度	nm

表 1 (续)

缩写和符号	说明	单位
x	x 方向	
y	y 方向	
z	垂直于样品表面的方向	
Z_i	等同于特征高度	nm
Z_{max}	整个表面的最大高度差	nm

4 原理

AFM 是使用一个一端固定而另一端装有针尖的弹性微悬臂来检测样品表面形貌或其他表面性质的仪器。当针尖接触到样品表面并相对于其表面运动时,同距离有关的针尖与样品间相互作用力(吸引力或排斥力),就会引起微悬臂的形变,微悬臂的形变可作为样品与针尖相互作用力的直接度量。如图 1 所示,一束激光经微悬臂背面反射到光电探测器,检测器不同象限接收到的激光强度差值同微悬臂的形变量可形成一定比例关系。 z 反馈系统根据检测器电压的变化,通过压电陶瓷不断调整样品 z 轴方向的位置,以保持针尖与样品间作用力恒定不变,通过测量检测器电压对样品扫描位置的变化,就可以得到样品的表面形貌。

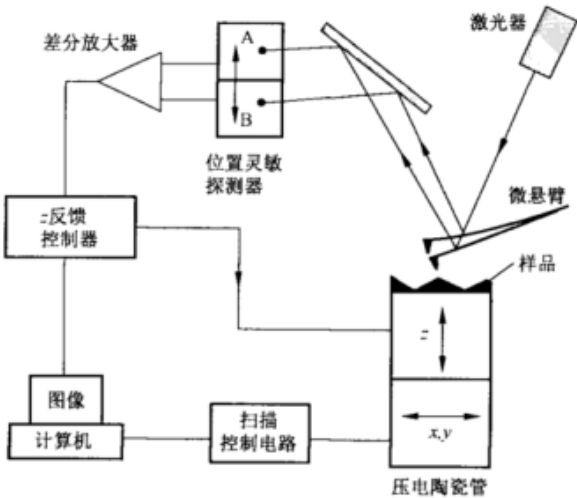


图 1 原子力显微镜工作原理图

5 测试条件

5.1 环境条件

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(如有机物和水汽膜)干扰下得到的。

5.2.2 操作时,样品可以放置在空气、真空或惰性环境中,并隔离噪音和震动。

5.2.3 使用未被污染的探针。

5.2.4 使样品和仪器处于热平衡状态。

6 设备

使用的原子力显微镜其扫描管最大水平扫描长度至少为 $50\ \mu\text{m}$,垂直扫描范围大于 $3\ \mu\text{m}$,能提供表面形貌着色高度图或倾斜表面图。

7 样品的要求

7.1 样品的制备

对于块状样品,如需要进行切割制样时,样品表面如有污染,需要用非腐蚀性液体进行清洗。样品制备的过程不能改变其表面形貌,例如由于压力、加热、腐蚀等影响因素造成的形貌改变。

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 仪器校准

选择合适的标准样品如云母片(Mica)和金刻化光栅,按照仪器的校准程序分别进行 $x-y$ 和 z 方向的校准。新仪器开始使用前需校准一次,然后每年校准一次,并且在仪器维修、更换硬件或更新软件后应校准一次。

9 测试步骤

9.1 采集图像数据前的准备

打开机器,将样品固定在样品台上,使得探针可以扫描任何可选的代表性区域。根据仪器的特点进行软件和仪器的初始化设置,并选择接触扫描的工作模式和合适的探针。

9.2 图像数据的采集

9.2.1 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,即 $(200 \times 200 = 40\ 000)$ 个数据点,参见 ASTM F1438:1993。

9.2.2 建议扫描速率 $1\ \text{Hz} \sim 2\ \text{Hz}$,设定扫描面积,进行全幅扫描。采集扫描数据,以对最初两次扫描的结果进行比较,确定在任何方向的漂移不超过扫描长度的 10%。如果超过,中止扫描,使系统达到热平衡后再进行数据采集。

9.2.3 扫描面积根据薄膜表面平均特征尺寸(如颗粒大小)来设定,建议不应小于 $500\ \text{nm}$ 。预先设定一个较小的扫描面积(扫描长度设为平均特征尺寸的 $50 \sim 200$ 倍),然后再扫描其 $1.5 \sim 2$ 倍大小的面积,如果两者的平均粗糙度 R_a 或 R_q 值相差超过 $\pm 10\%$,则继续放大 $1.5 \sim 2$ 倍的扫描面积;如果其 R_a 或 R_q 值偏差在 $\pm 10\%$ 以内,就选择其中一个面积进行扫描并计算其表面的粗糙度参数。

9.2.4 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,应该更换探针,重复 9.2.1~9.2.3。

9.2.5 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 9.2.1~9.2.3。确保移动的距离足够大,以免扫描到同一区域。计算表面的粗糙度参数时,每个面积至少扫描三个不同区域。如果需要的话,可根据 9.2.1~9.2.3 的方法测试其他的区域。

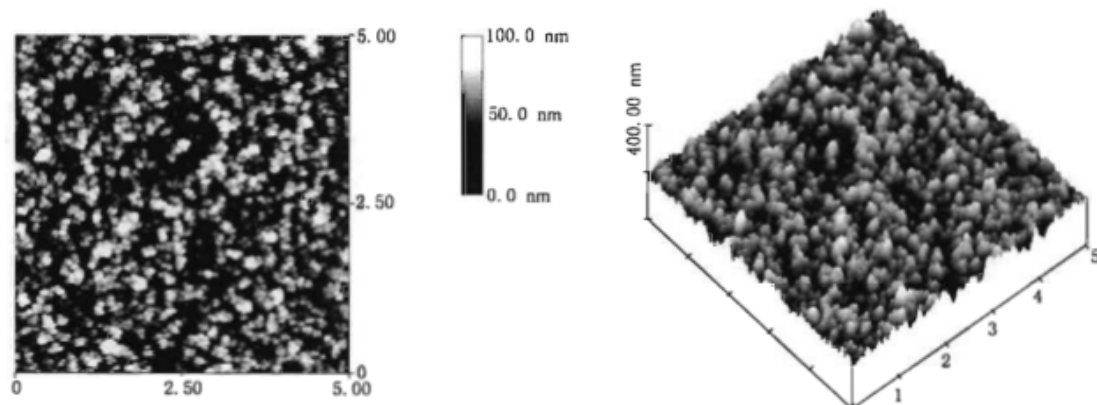


图2 金薄膜表面的着色高度图(左图)及其倾斜图(右图),扫描长度 5 μm

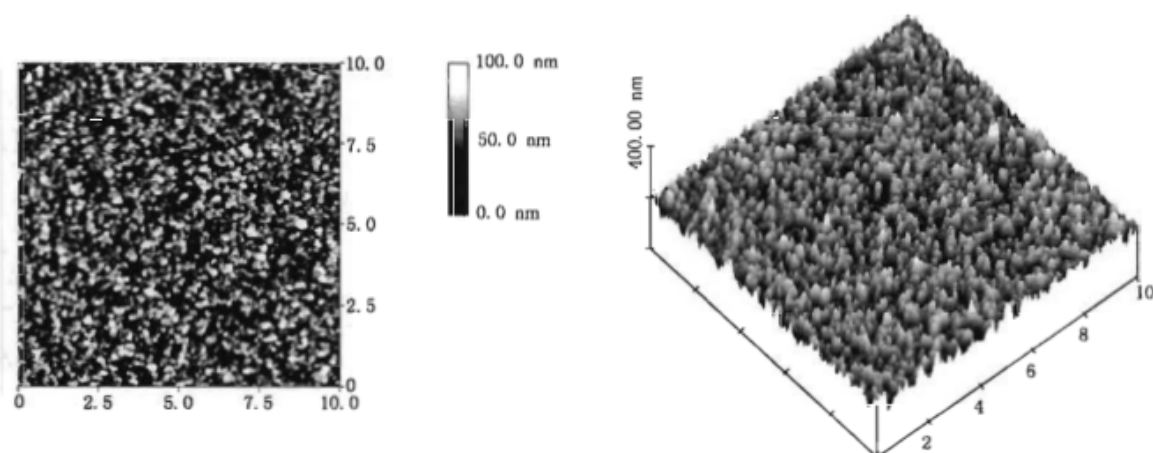


图3 金薄膜表面的着色高度图(左图)及其倾斜图(右图),扫描长度 10 μm

10 数据处理与计算

表面粗糙度的评定参数可以从表面面积或高度数据中计算出。本测试方法只允许数据的数值滤波,以用于数值分析和提供数据,并且只允许在图像形式中用平面拟合来修正扫描弯曲或用低通过滤来消除高频噪音。

10.1 平均粗糙度的计算

$$Ra = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |Z_i - \bar{Z}| \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$$\bar{Z} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Z_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

Z_i —— i 点的高度；

N ——整个表面上的数据点数。

10.2 均方根偏差粗糙度的计算

$$Rq = \text{RMS} = Z_{\text{rms}} = \left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (Z_i - \bar{Z})^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

其中：

$$\bar{Z} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Z_i \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

Z_i —— i 点的高度。

N ——整个面积上的数据点数。

10.3 评定表面的最大的峰-谷差 Z_{max} 的计算

$$Z_{\text{max}} = Z_{\text{largest}} - Z_{\text{smallest}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

Z_{largest} ——整个面积上的最大值；

Z_{smallest} ——整个面积上的最小值。

注：每一个表面粗糙度的评定参数的单位是 nm。

10.4 数据的表示形式

所有扫描范围内的数据都要以表面形貌图来表示，它是特征高度以探针位置为函数而得到的。表征表面的方法有两种：

①平面着色高度图；

②倾斜图。

如果仪器不能提供平面着色高度图，应当能够给出倾斜图。

10.5 精密度和偏差

10.5.1 对同一样品多次测量时，每次的测量面积必须相同，最后的测量结果取多次测量的平均值。

10.5.2 这种测试方法的初始测试结果是图像化的，而非数字化的，因而没有关于这些结果的精密度和偏差的说明。

11 测试报告

报告内容应包括以下信息：

——测试日期；

——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；
- 至少三个区域的着色高度图或倾斜图；
- 测试结果列表包括 R_a 、 R_q 和 $Z_{\max}$ 及其平均数值。

参 考 文 献

- [1] ASTM F1438:1993 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.
 - [2] 白春礼,田芳,罗克.扫描里力显微术.北京:科学出版社,2000.
 - [3] 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.
 - [4] Marcia L.lightbody,Samuel H Cohen, Atomic Force Microscopy/Scanning Tunneling Microscopy , Springer,1999.
-