

超光滑光学基底表面原子力显微镜测试方法

靳京城^{1,2} 金春水¹ 邓文渊¹ 喻波¹

¹ 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所应用光学国家重点实验室, 吉林 长春 130033

² 中国科学院研究生院, 北京 100049

摘要 原子力显微镜(AFM)是评价亚纳米级表面粗糙度 σ_{RMS} 最主要的测试仪器,但其测试结果会因采样条件(采样间距、采样点数)及测量点位置变化而改变。以 AFM 测试超光滑光学基底随机表面为例,应用累积功率谱理论建立了确定合理采样条件的方法,避免了采样条件选取不当带来的数据丢失或冗余;通过全局优化选取测量点和局部优化选取测量点相结合,降低了样品表面区域性差异给测试结果带来的不确定性,并大大减少了获得可靠测试结果所需的测试量。上述工作为超光滑光学基底 AFM 测试提供了有效方案。

关键词 测量;原子力显微镜;超光滑基底;均方根粗糙度;采样条件;选点方案

中图分类号 TN247 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL201138.1108003

Testing Method for Optical Supersmooth Substrate Surface by Atomic Force Microscopy

Jin Jingcheng^{1,2} Jin Chunshui¹ Deng Wenyuan¹ Yu Bo¹

¹ State Key Laboratory of Applied Optics, Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun, Jilin 130033, China

² Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

Abstract Atomic force microscopy (AFM) is the main technique for measuring surfaces of sub-nanometer root-mean-square roughness, but its results always vary with the sampling conditions (sampling interval and sampling points) and measuring position. As a practical example of a supersmooth substrate random surface, an effective method based on accumulated power spectral analysis is proposed and evaluated for appropriate sampling term selecting. It is shown that this method can avoid the loss or redundancy of roughness information. A optimized measuring position selection strategy according to global and local topography analysis is proposed. It can reduce the uncertainties in surface roughness characterization due to characteristic differences of different local surfaces and the required number of measurements to obtain reliable results. The above researches provide an effective method for testing optical supersmooth substrate surface by atomic force microscopy.

Key words measurement; atomic force microscopy; supersmooth substrate; root-mean-square roughness; sampling conditions; measuring position selection strategy

OCIS codes 120.4630; 240.5770; 180.5810; 120.6660

1 引言

在深紫外和极紫外波段,光学基底表面粗糙度对薄膜元件整体性能有重要的影响^[1~3]。近年来,随着超光滑光学表面抛光技术的快速发展,如何准

确表征和评价亚纳米级超光滑基底的表面粗糙度是深紫外和极紫外光学基底研究中迫切需要解决的问题。对超光滑光学表面高频段误差的评价一般用粗糙度均方根 σ_{RMS} 值来描述。在各种超光滑光学表面

收稿日期: 2011-06-15; 收到修改稿日期: 2011-08-22

基金项目: 国家重大科技专项资助课题。

作者简介: 靳京城(1985—),男,博士研究生,主要从事深紫外光学薄膜吸收特性与表征技术等方面的研究。

E-mail: jjcheng@126.com

导师简介: 金春水(1964—),男,博士,研究员,主要从事紫外、极紫外光学技术与薄膜技术等方面的研究。

E-mail: Jin_chunshui@yahoo.com.cn(通信联系人)

检测技术中,原子力显微镜(AFM)因其具有三维的高分辨率和精度,成为中高空间频域内的理想测试仪器^[4,5]。在 AFM 测试中,采样条件(采样间距、采样点数)和测量点位置是影响 σ_{RMS} 测试结果的两个主要因素。而在实际测试中,采样条件和测量点位置的选择通常依据个人经验,导致测量结果具有一定的主观性和随意性,对此,目前国际上还没有关于 AFM 合理测试的标准方案。为此,国外大量研究人员投入到表面度量技术合理测试方案确定的研究中,针对不同表面轮廓提出了多种建议方案^[6~8]。

本文首先研究了 AFM 采样条件对测试结果的影响,并在 Dong 等^[9] 提出的方案基础上,结合 Pawlus^[10] 对随机表面仿真研究结果,简化了应用功率谱密度及累积功率谱理论建立 AFM 合理采样条件的选取方法;其次,针对 AFM 测试中测量点位置选取给测量结果带来的随机性影响,研究了全局优化选点和局部优化选点相结合的测量点选取方案^[11~13],并进行了实例分析。结果表明,该方案降低了样品表面区域性差异给测量结果带来的不确定性,减少了获取稳定可靠测试结果所需测试量。研究工作为超光滑光学基底表面 AFM 测试提供了有效方案。

2 AFM 采样条件对测试结果的影响

本文测试所采用的仪器为 Nanosurf EasyScan 2 系列 AFM,仪器的垂直分辨率为 0.046 nm,横向分辨率为 0.152 nm,测试在常温大气中进行,最大扫描范围 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$,最高采样 2048 /line,探针直径 10 nm,测试模式为半接触式,噪声水平低于 0.05 nm,测试对象为经超光滑抛光工艺加工的 CaF_2 ($\phi=25\ \text{mm}, d=2.5\ \text{mm}$) 样品表面。

为了研究采样条件对测试结果的影响,分别进行了固定采样点阵、变化采样范围和固定采样范围、改变采样点阵两个实验。实验一:在样品表面随机选点(位置一)测量,采样点阵为 256×256 ,改变采样范围($1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$), σ_{RMS} 值测试结果如图 1 所示。实验二:在样品表面随机选点(位置二)测量,采样范围为 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$, $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$, $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$,每种采样范围下分别用 128×128 , 256×256 , 512×512 , 1024×1024 四种采样点阵进行测量, σ_{RMS} 值测试结果如图 2 所示。

由图 1 可见,固定采样点数,采样范围增大, σ_{RMS} 值测试结果呈现逐渐增大的趋势,采样范围从 $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ 扩大到 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 过程中, σ_{RMS} 值

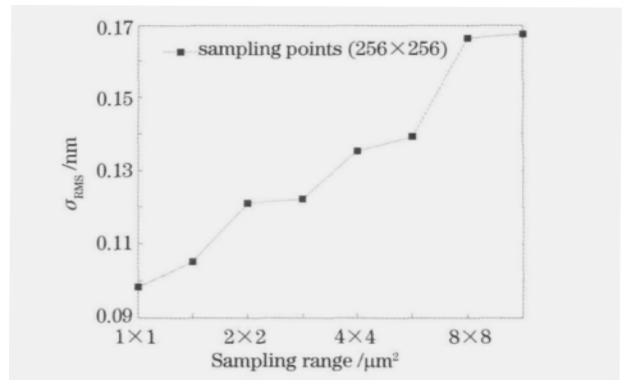


图 1 样品在不同采样范围时的 σ_{RMS} 值

Fig. 1 Values of σ_{RMS} using different sampling scales

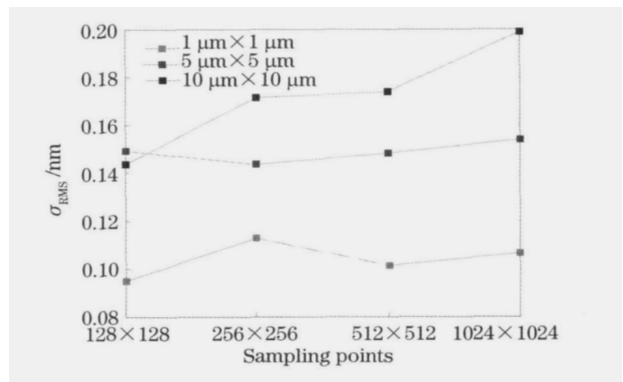


图 2 样品在不同采样点阵时的 σ_{RMS} 值

Fig. 2 Values of σ_{RMS} using different sampling points

从 0.098 nm 增大至 0.166 nm,增长了约 69.4%。由图 2 可见,固定采样范围,采样点阵增加, σ_{RMS} 值测试结果整体有增大的趋势,其中 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 组最为明显, $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ 组和 $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ 组采样范围内的表面形貌结构具有与采样间距接近的幅值,即自相似结构,其 σ_{RMS} 值增大并不明显。

通过一维功率谱密度(PSD)分布图可以说明采样条件对结果的影响。选取实验一和实验二的部分测试结果,绘制其对应的 PSD 分布图^[14],如图 3 和图 4 所示。

不同采样条件对应着不同的空间频带宽度,最低空间频率 $f_{\text{min}} = 1/L$,最高空间频率 $f_c = (N-1)/(2L)$, L 为采样线长度, N 为采样点数。根据 Parseval 定理,任何频率段的 PSD 曲线下的面积等于相同频率段的 σ_{RMS} 值的平方:

$$\sigma_{\text{RMS}}^2 = \Delta f \sum_i f_{\text{PSD}}(f_i). \quad (1)$$

如图 3 所示,固定采样点阵,采样范围越大,对应着越低的最低空间频率,如 $L=4\ \mu\text{m}$ 时,频带宽度为 $0.250 \sim 31.875\ \mu\text{m}^{-1}$; $L=8\ \mu\text{m}$ 时,频带宽度为 $0.125 \sim 15.938\ \mu\text{m}^{-1}$,对应频谱带也处于较高功

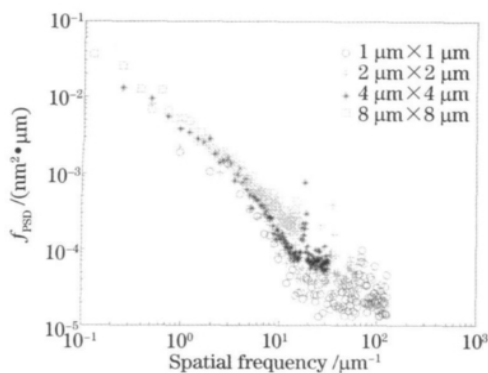


图3 固定采样点阵 256×256,变化采样范围时的一维 PSD 曲线

Fig.3 One-dimensional PSD curves for different sampling scales at fixed sampling points of 256×256

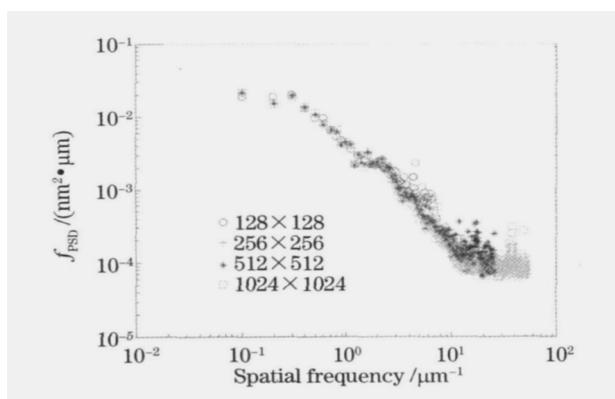


图4 固定采样范围 10 μm×10 μm,变化采样点阵时的一维 PSD 图

Fig.4 One-dimensional PSD curves for different sampling points at fixed sampling scales of 10 μm×10 μm

率水平, PSD 曲线下的面积也更大, 相应的 σ_{RMS} 值也会更大。在图 4 中, 固定采样范围 ($L=10 \mu\text{m}$), 则最低空间频率相同 ($0.1 \mu\text{m}^{-1}$), 最高空间频率随采样点数增多而增大。在 $0.1 \sim 3.0 \mu\text{m}^{-1}$ 频谱范围内, 4 条 PSD 曲线基本重合, 从 $3.0 \mu\text{m}^{-1}$ 后曲线组开始分离, 采样点数越多, 对应的 PSD 曲线延伸至越高频, 曲线下面积越大, 相应的 σ_{RMS} 值也会更大。

3 AFM 测试方法

3.1 采样条件确定

由前面的实验看到, AFM σ_{RMS} 测试结果会随着采样条件的变化而改变。所以, 正式测试前, 需在样品表面进行随机选点测量, 评估被测样品表面形貌起伏度, 应用 PSD 及累积功率谱理论确定合理采样

条件。

对超光滑光学基底样品随机表面, 由一维 PSD 沿频率轴计算累积 PSD, 并归一化处理为

$$U(f_m) = \frac{\sum_{i=0}^m f_{PSD}(f_i)}{\sum_{i=0}^{N/2} f_{PSD}(f_i)} \times 100\%, \quad 0 \leq m \leq N/2. \quad (2)$$

由频谱理论, 如果采样条件合理, 则被测表面的 80% 累积 PSD 处频率 f_{ij} 应远小于奈奎斯特 (Nyquist) 频率 f_c 。为了合理抑制频谱混叠现象, 设置阈值 $f_a = f_c/8$, 可比较 80% 累积功率处频率 f_{ij} (由采样间距 Δ^i 和采样矩阵点数 N_j 的各种组合确定) 对阈值 f_a 的偏离程度, 据此对采样条件合理性进行评估, 用接近因子 C_{ij} 表示两者接近程度

$$U_{ij}(f_m) = 80\%, \quad \min \left[\left| C_{ij} = \frac{f_{ij} - f_a}{f_c} \right| \right]. \quad (3)$$

假定 f_p 为由 (2) 式确定的 f_{ij} 具体值, 当探针尺寸合适, 且与测试样品表面形貌起伏度匹配良好时, 总可以找到很小的 $\min[C_{ij}]$ 值, 通常 $\min[C_{ij}]$ 小于 $0.0625^{[9]}$, 通过对随机表面模拟仿真研究证明采样间距 Δ 应大于等于探针直径, 且 f_{ij} 应满足^[15,16]

$$\frac{f_c}{8} \leq f_{ij} \leq \frac{f_c}{3}. \quad (4)$$

考虑到完全由 (3), (4) 式决定的采样条件可能与仪器性能或实验方案并非最佳匹配, 需在几个较小的接近因子 C_{ij} 值中比较获取最佳采样条件^[9], 这种频谱分析确定合理采样条件的方法在触针式三维形貌测试仪器上也是适用的。

按照上述理论, 选取不同的采样范围和采样点阵对 CaF_2 样品进行预测量, 从允许的最小采样间距组开始, 逐步增大采样间隔, 获得样品表面在不同采样条件下的测量结果, 计算累计 PSD 及符合 (4) 式的接近因子, 结果如表 1 所示。

由表 1 可见 (表中 ‘-’ 表示不满足 (4) 式的采样组合, ‘*’ 表示该组测试不存在, ‘#’ 表示获得最小接近因子), σ_{RMS} 值约为 0.2 nm 的 CaF_2 样品表面, 满足 (4) 式采样条件对应的采样间距在 $0.0313 \sim 0.0783 \mu\text{m}$ 之间。分别绘制合理采样条件 ($5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$, 128×128) 和不合理采样条件 ($8 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$, 1024×1024) 时样品三维形貌图、一维 PSD 曲线及累计 PSD 曲线, 如图 5 所示, 图 5(b), (d), (f) 分别对应着采样条件不合理时的情形。

表 1 CaF₂ 不同采样条件时的 σ_{RMS} 值和接近因子 C_{ij}

Table 1 Values of σ_{RMS} and proximity factor C_{ij} obtained from CaF₂ at different sampling conditions

Sampling points	Sampling interval / μm											
	0.0098			0.0196			0.0391			0.0783		
	Sampling scales / μm^2	σ_{RMS} / nm	C_{ij}	Sampling scales / μm^2	σ_{RMS} / nm	C_{ij}	Sampling scales / μm^2	σ_{RMS} / nm	C_{ij}	Sampling scales / μm^2	σ_{RMS} / nm	C_{ij}
128 × 128	1.25 × 1.25	0.09	—	2.5 × 2.5	0.13	—	5 × 5	0.19	0.008 [#]	10 × 10	0.21	0.017
256 × 256	2.5 × 2.5	0.14	—	5 × 5	0.15	—	10 × 10	0.22	0.039	*	*	*
512 × 512	5 × 5	0.15	—	10 × 10	0.22	—	*	*	*	*	*	*
1024 × 1024	10 × 10	0.21	—	*	*	*	*	*	*	*	*	*

Sampling points	Sampling interval / μm											
	0.0078			0.0156			0.0313			0.063		
	Sampling scales / μm^2	σ_{RMS} / nm	C_{ij}	Sampling scales / μm^2	σ_{RMS} / nm	C_{ij}	Sampling scales / μm^2	σ_{RMS} / nm	C_{ij}	Sampling scales / μm^2	σ_{RMS} / nm	C_{ij}
128 × 128	1 × 1	0.08	—	2 × 2	0.13	—	4 × 4	0.14	0.016	8 × 8	0.21	0.014
256 × 256	2 × 2	0.14	—	4 × 4	0.14	—	8 × 8	0.21	—	*	*	*
512 × 512	4 × 4	0.15	—	8 × 8	0.20	—	*	*	*	*	*	*
1024 × 1024	8 × 8	0.18	—	*	*	*	*	*	*	*	*	*

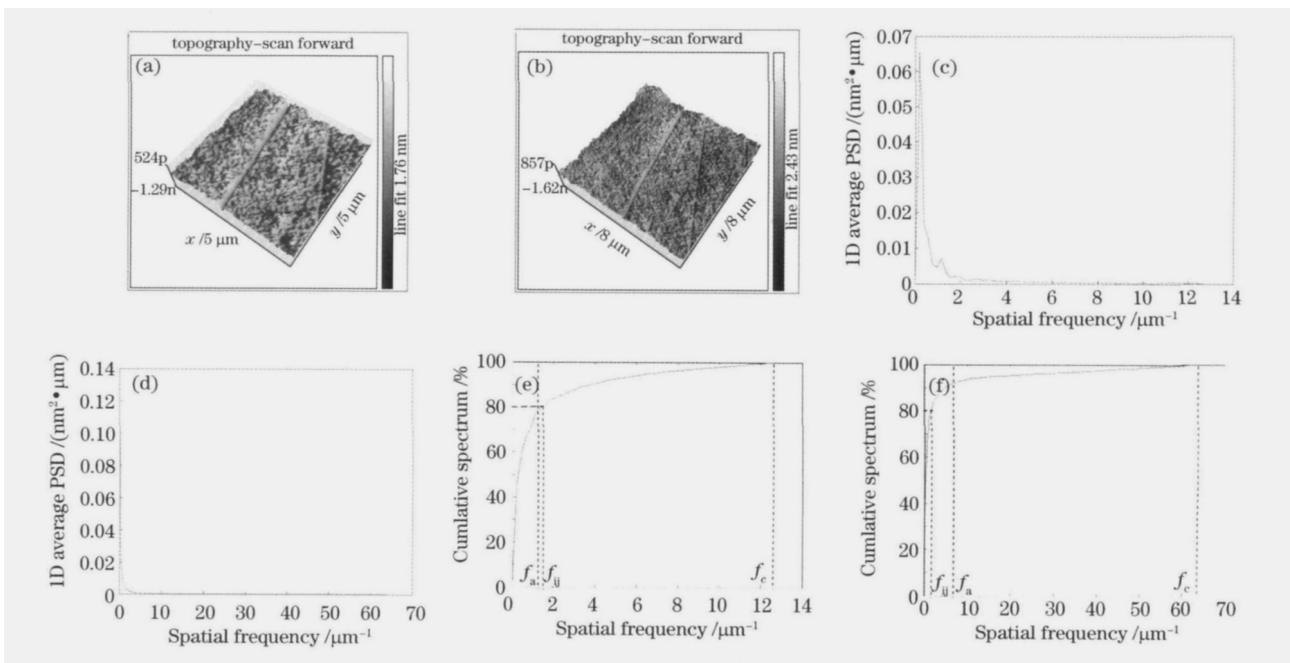


图 5 (a) CaF₂ 合理采样条件时的三维形貌图; (b) CaF₂ 不合理采样条件时的三维形貌图; (c) 对应于(a)图的一维 PSD 曲线; (d) 对应于(b)图的一维 PSD 曲线; (e) 对应于(a)图的累积功率谱曲线; (f) 对应于(b)图的累积功率谱曲线

Fig. 5 (a) Three-dimensional topography maps with CaF₂ reasonable sampling; (b) three-dimensional topography maps without CaF₂ reasonable sampling; (c) one-dimensional PSD curve of (a); (d) one dimensional PSD curve of (b); (e) cumulative PSD curves of (a); (f) cumulative PSD curves of (b)

由图 5 可见, CaF₂ 样品表面在合理采样条件下进行测试时, 整个测量频域内的一维 PSD 曲线分布较均匀, 80% 累积功率处 f_{ij} 与阈值 f_a 距离非常接近。当采样条件不合理时, 如采样范围 $8 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$, 采样点阵 $1024 \text{ pixel} \times 1024 \text{ pixel}$, 一维 PSD 曲线只是集中在很窄的带宽内, 其累积 PSD 曲线非常接近零频率线, 意味着此时 AFM 采集到的数据

高度相关, 该采样条件并不合理。因此, 合理的采样条件, 不但能够满足 Nyquist 采样准则, 防止频率混叠现象产生, 而且能够避免采样数据冗余。所以, 对被测样品表面进行预测试确定合理采样条件后, 才能对样品进行正式测试。

3.2 测量点选取

样品表面形貌区域性差异会给测试结果带来不

确定性,所以需在样品表面不同位置进行选点测量。无规则大量选点测量是消耗人力和仪器的过程,获得的结果也不一定可靠,因此,需要研究合适的选点方案。

根据样品本身特性,应用分层思想将样品表面分成几个相对同性的区域,然后在每个区域内采用适宜的选点几何形状(矩形、星形、螺旋形…)和选点模式(随机、等间距、选择性…)进行测试,这种处理方法可以减少局部差异给结果带来的不确定性,同时检测样品表面形貌区域性波动情况^[11,13,17,18]。

如图 6 所示,依据 Nanosurf EasyScan 2 水平方向最大可调节范围(15 mm×15 mm,0.01 mm/小格),将直径为 25 mm 的 CaF₂ 样品的上半圆表面,沿半径方向分成全局选点域(A),(B),(C)。根据国际平整度规范操作标准 ISO12781-2,‘米’字型选点域适用于低密度选点,忽略样品表面低频成分信息;‘矩形’选点域适用于较高密度选点,用以评定样品表面横纵向信息。故在全局选点域内按‘米’字型区随机划分出 5 个矩形局部选点域,局部选点域内随机选取 5 个位置进行 AFM 测试,全局选点域和局部选点域内随机选点模式相同,如图 6 中局部选点域部分所示。

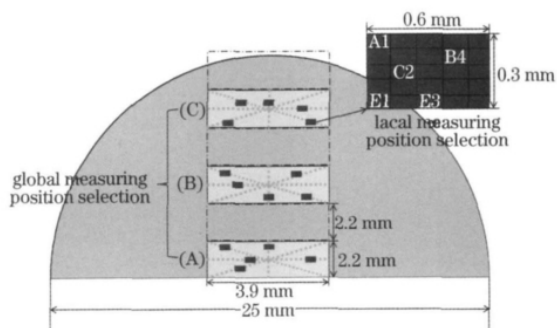


图 6 全局选点域和局部选点域划分示意图
Fig. 6 Scheme of global and local measuring position determination

比较表 1 中几组接近因子值较小时对应的采样条件,综合图 6 中全局和局部测量点选取优化测试方案,考虑到整个测试过程的省时快捷,最终确定 CaF₂ 样品表面的采样条件为:采样范围 5 μm×5 μm,采样点阵 128×128。选择此采样条件,对 CaF₂ 样品表面进行测试。

对测试结果 σ_{RMS} 值,使用累加算术平均法,当测试结果的累加平均值相对于给定标准保持足够稳定时,采样即可停止。如图 7 所示,随着测试次数的增加 σ_{RMS} 累加平均值逐渐收敛于一常数,将样品表面

全局范围内 75 次测试结果累加平均值视为“真实值” $\sigma_{RMS} = 0.202 \text{ nm}$ 。累加平均 σ_{RMS} 值在 35 次测试后收敛,与“真实值”的偏差保持在 5% 以内。

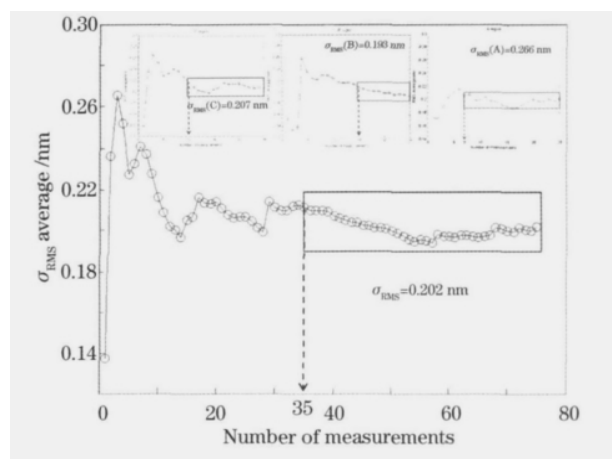


图 7 全局选点域内 σ_{RMS} 累加平均值曲线

Fig. 7 Cumulative σ_{RMS} mean curves for global regions

在全局选点域(A),(B),(C)内,累加平均 σ_{RMS} 值收敛于各自“真实值”偏差的 10% 以内采样即可停止。由三个区域的测试结果可见,(A),(B),(C)三区 σ_{RMS} 平均值差异不大,可以认为样品整个表面在全局范围内为各向同性表面。

为了验证全局和局部优化结合选点方案的适用性,在全局选点域(A)内,分别使用全局和局部优化结合选点测试、全局优化局部不优化选点测试、无优化随机选点测试。三种条件下选点测试 σ_{RMS} 累加平均值结果如图 8 所示,从图中看到当全局优化与局部优化选点方案相结合时,仅需 7 次测试, σ_{RMS} 累加平均值就收敛于“(A)区真实值”偏差 10% 以内,采样即可停止。当忽略局部优化选点时,累加平均

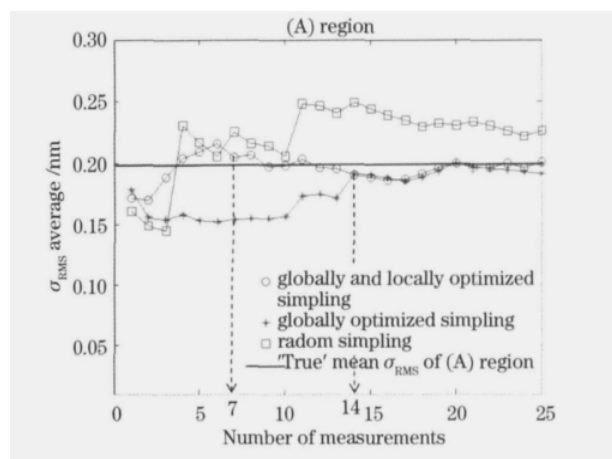


图 8 全局选点域(A)内不同采点方案比较

Fig. 8 Comparisons of different measuring position determination strategies in global region (A)

曲线出现偏离波动现象,且与“(A)区真实值”接近较缓慢,需要 14 次测试才能进入“(A)区真实值”偏差 10%以内。而当在全局选点域(A)内任意随机选点测试时,累加平均曲线不仅出现较大范围波动行为,而且累加平均值并没有收敛于“(A)区真实值”。

从上述结果看到,使用全局和局部优化结合选点测试,不但可以获得相对可靠的测试结果,而且大大减少了获得稳定测试结果所需的测试量。对于其他不同特性的测试样品,各种选点几何图形和选点模式组合选点方案的适用性,需要进一步的研究。

4 结 论

以 AFM 测试超光滑光学基底 CaF_2 样品表面表征参数 σ_{RMS} 为例,应用累积功率谱理论分析确定了 AFM 采样条件(采样间距、采样点数)选择方法,该方法既满足了 Nyquist 采样准则,又避免了采样条件选取不当带来的数据丢失或冗余,此种频谱分析确定合理采样条件的方法在触针式三维形貌测试仪器上也是适用的;应用分层思想,通过将测试样品表面分区,采用全局选取测量点和局部优化选取测量点相结合方法,可以检验样品表面形貌的区域波动情况,增强表征参数 σ_{RMS} 测试结果可靠性,并大大减少获取稳定测试结果所需测试量。研究工作为超光滑光学基底表面 AFM 测试提供了有效的方法。

参 考 文 献

- 1 Angela Duparré, Stefan Jakobs, Norbert Kaiser. Influence of substrate surface and film roughness on the quality of optical coatings for the UV spectral region [C]. *SPIE*, 1997, **3110**: 509~516
- 2 Alexander V. Tikhonravov, Michael K. Trubetskov, Andrei A. Tikhonravov *et al.*. Effects of interface roughness on the spectral properties of thin films and multilayers [J]. *Appl. Opt.*, 2003, **42**(25): 5140~5148
- 3 Rebecca S. Retherford, Robert Sabia, Vincent P. Sokira. Effect of surface quality on transmission performance for (111) CaF_2 [J].

- Appl. Surf. Sci.*, 2001, **183**(3-4): 264~269
- 4 T. G. Mathia, P. Pawlus, M. Wieczorowski. Recent trend in surface metrology [J]. *Wear*, 2001, **271**(3-4): 494~508
- 5 Li Jianbai, Li Dacheng, Li Xiaoyun *et al.*. Study on testing method for microprofile of optical supersmooth surface [J]. *Acta Optica Sinica*, 2000, **20**(11): 1533~1537
李剑白,李达成,李小芸等.原子力显微镜测试光学超光滑表面微轮廓的研究[J].*光学学报*,2000,**20**(11):1533~1537
- 6 P. Pawlus, D. G. Chetwynd. Efficient characterization of surface topography in cylinder bores [J]. *Precision Engng.*, 1996, **19**(2-3): 164~174
- 7 T. R. Thomas, B.-G. Rosen. Determination of the optimum sampling interval for rough contact mechanics [J]. *Tribol. Int.*, 2000, **33**(9): 601~610
- 8 L. Blunt, S. Ebdon. The application of three-dimensional surface measurement techniques to characterizing grinding wheel topography [J]. *Int. J. Mach. Tools Manufact.*, 1996, **36**(11): 1207~1226
- 9 W. P. Dong, E. Mainsah, K. J. Stout. Determination of appropriate sampling conditions for three-dimensional microtopography measurement [J]. *Int. J. Mach. Tools Manufact.*, 1996, **36**(12): 1347~1362
- 10 Pawel Pawlus. Digitisation of surface topography measurement results [J]. *Measurement*, 2007, **40**(6): 672~686
- 11 Saudi Standard Draft. A Guide to Expression of Uncertainty in Measurement [S]. 2006, NO.13
- 12 James E. Bartlett, Joe W. Kotrlík, Chadwick C. Higgins. Organizational research: determining appropriate sample size in survey research [J]. *Information Technology, Learning, and Performance Journal*, 2001, **19**(1): 43~50
- 13 B.-G. Rosen, J. Garnier. Uncertainties and optimized sampling in surface roughness characterization [J]. *Wear*, 2011, **271**(3-4): 610~615
- 14 Angela Duparre, Josep Ferre-Borrull, Stefan Glied *et al.*. Surface characterization techniques for determining the root-mean-square roughness and power spectral densities of optical components [J]. *Appl. Opt.*, 2002, **41**(1): 154~169
- 15 Pawel Pawlus. Mechanical filtration of surface profiles [J]. *Measurement*, 2004, **35**(4): 325~341
- 16 Jiunn-Jong Wu. Spectral analysis for the effect of stylus tip curvature on measuring rough surfaces [J]. *Wear*, 1999, **230**(2): 194~200
- 17 M. Wieczorowski, A. Cellary, R. Majchrowski. The analysis of credibility and reproducibility of surface roughness measurement results [J]. *Wear*, 2010, **269**(5-6): 480~484
- 18 ISO12781-2. Geometrical Product Specifications(GPS)-Flatness-Extraction Strategies [S]. 2003(E)

栏目编辑:韩 峰