

Technologie de fabrication des pointes AFM

Gilbert GILLMANN NanoAndMore France

Forum des Microscopies à Sonde
Locale 2011

29 Mars 2011

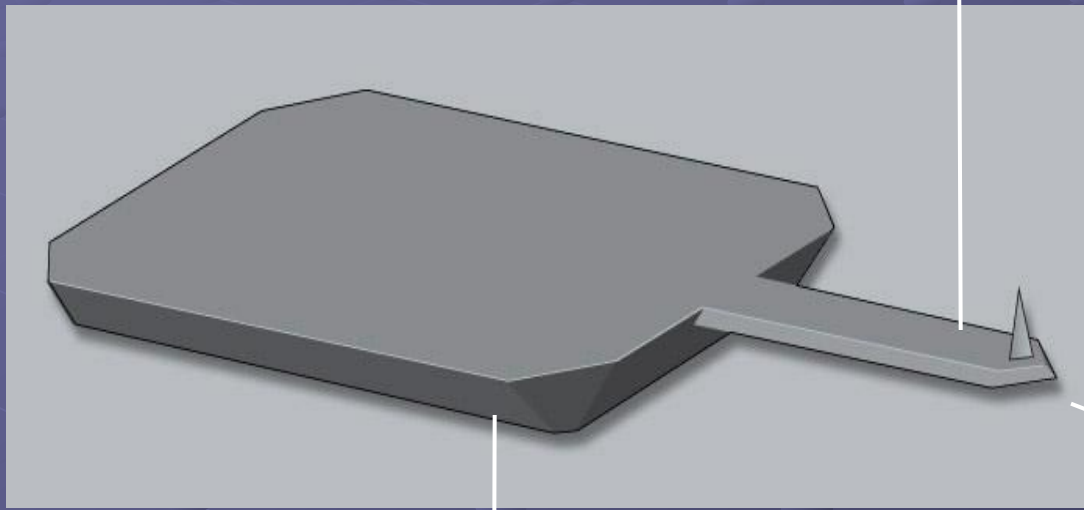
Sommaire

- Principe d'un AFM
- Principe du senseur pointe levier (Cantilever)
- Principes et étapes de fabrication d'un cantilever Silicium
- Principe de Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium
- Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: **application à la mesure à fort rapport d'aspect**
- Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: **application à la mesure électrique**
- Conclusion

Principe d'un AFM

- Construction minimaliste
- faible masse inertielle
- Déplacements et excitations assurés par des tubes piézo-électriques
- Problème de non linéarité de ces éléments
- **Donc Cantilever à faible masse inertielle**

Principe du senseur pointe levier (Cantilever)



Cantilever (poutre rectangulaire dans la direction (110))

Force constant range:
0.01 to 50 N/m

Resonance frequency:
1 kHz to 1 MHz

Typical geometry

Length: 100 to 500 μm

Width: 30 to 50 μm

Thickness: 1 to 8 μm

Tip

Small radius < 10nm

Tip height 10-15 μm

High aspect ratio

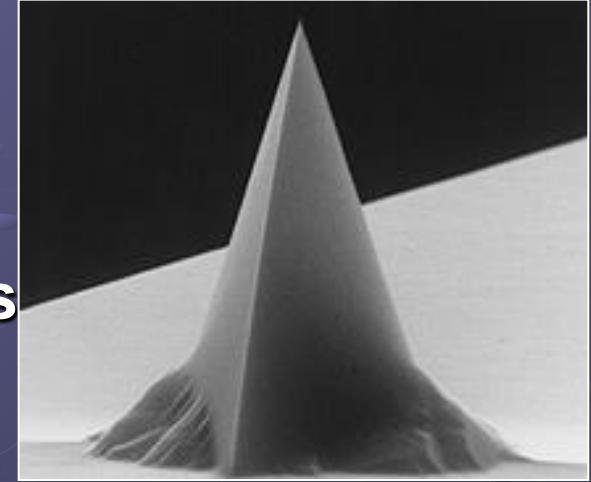
Holder

Macroscopic dimensions: 1.6 x 3.4 mm²
for easy handling and mounting into the AFM

Monolithic design to avoid intrinsic stress and uncontrolled bending
Conductivity to avoid electrostatic charging
Chemical inertness for operation in fluids

Principe du senseur pointe levier (Cantilever)

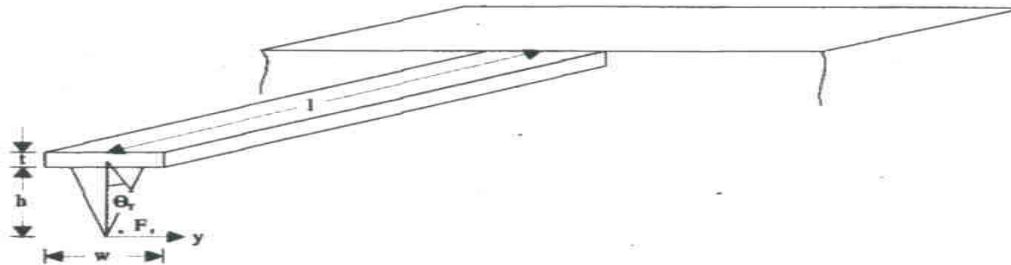
Pointprobe NCH, NanoWorld AG



- **Pointes pyramidales à 3 ou 4 facettes**
- **Demi-angle macroscopique de 20° à 25° dans la direction du cantilever**
- **25° à 30° perpendiculairement au cantilever**
- **Virtuellement zero à l'extrémité de la pointe**
- **Rayon de pointe typiquement moins de 10 nm**
- **Demi-angle à l'apex moins de 10°**
- **Hauteur de pyramide de l'ordre de 10-15 μm**

Principe du senseur pointe levier (Cantilever)

Equations



T, W, L = thickness, width, length of cantilever

H = tip height

P = mass of the tip

p = cantilever mass per unit-length

ρ = density of silicon

E = modulus of elasticity / Young's modulus

G = modulus of rigidity / mod. of elasticity in shear

Σ_{grenz} = yield strength of silicon

$\rho = 2.33 \text{ g/cm}^3 = 2330 \text{ kg/m}^3$

$E = 1.69 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2$ (in the $\langle 110 \rangle$ direction)

$G = 0.5 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2$

$\Sigma_{\text{grenz}} = 7 \cdot 10^9 \text{ N/m}^2$

Formulas derived from "Roark's Formulas for Stress and Strain", 6th edition, Warren C. Young, McGraw Hill.

Force Constant:

Resonance Frequency (without tip mass):

$$C = \frac{E \cdot W \cdot T^3}{4 \cdot L^3}$$

$$f = 0.162 \cdot \sqrt{\frac{E}{p} \cdot \frac{T}{L^2}}$$

Resonance Frequency (taking tip mass into account):

$$f_{\text{corr}} = \frac{\sqrt{3}}{2\pi} \sqrt{\frac{E \cdot W \cdot T^3}{12(p \cdot L^3 + 0.236 \cdot p \cdot L^4)}} = 0.276 \cdot \sqrt{\frac{E \cdot W \cdot T^3}{\rho(\pi \cdot H^3 \cdot L^3 + 2.832 \cdot W \cdot T \cdot L^4)}}$$

(The tip is assumed as a cone with height H and base diameter equal H.)

Principe du senseur pointe levier (Cantilever)

● Matériaux utilisés

■ Silicium,

- Forte raideur de poutre
- Hydrophile
- Très grande finesse de pointe
- Technologie très bien maîtrisée, avec possibilité d'anoblir la pointe par action spécifique

■ Nitrure de Silicium

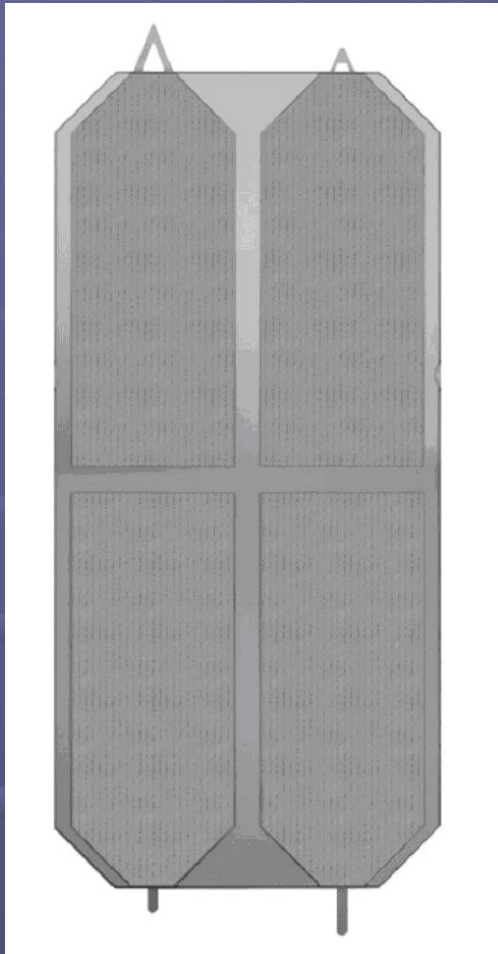
- Faible raideur de poutre
- Hydrophobe
- Technologie hybride, Nitrure sur Pyrex, plus délicate
- Finesse de pointes plus difficile à atteindre, formation de double pointe

Principe du senseur pointe levier (Cantilever)

- **Forme de poutre**
 - Poutre rectangulaire
 - Facile à modéliser
 - La plus utilisée!
 - Poutre triangulaire
 - Souvent utilisé sur les Cantilever Nitrure!
- **Pas de consensus rectangulaire versus triangulaire**
- **Aucune justification physique en terme de stabilité en Torsion!**

Susceptibility of atomic force microscope cantilevers to lateral forces
Rev. Sci. Instrum. 74, 2438 (2003); DOI:10.1063/1.1544421 , John Sader

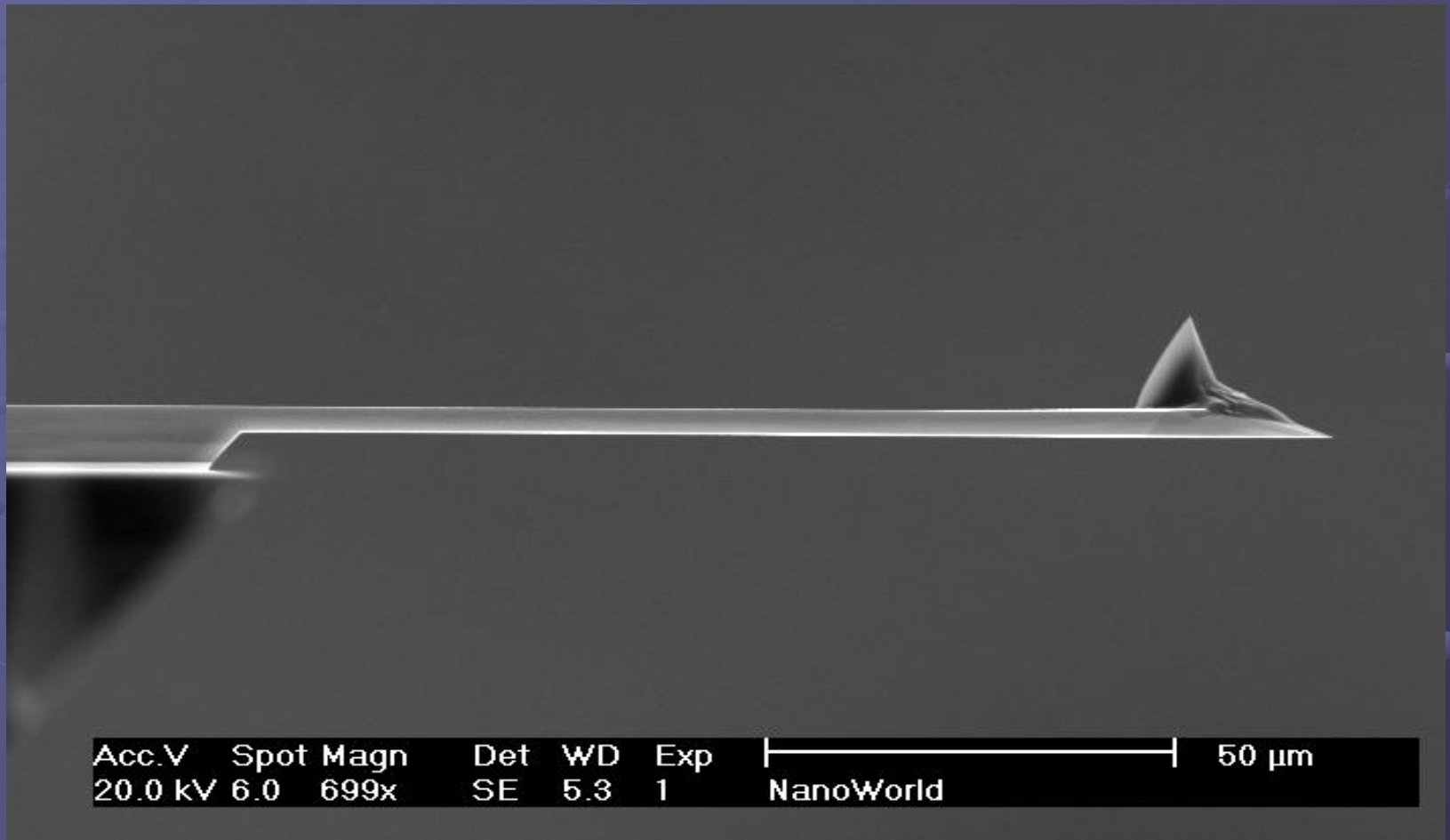
Principe du senseur pointe levier (Cantilever)



- Multi chip
- Cantilever poutre rectangulaire
- Cantilever poutre triangulaire



Etape de fabrication d'un cantilever AFM



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

Wafer 4" $\langle 100 \rangle$

Si Wafer

Etape de fabrication d'un cantilever AFM

1) Oxydation



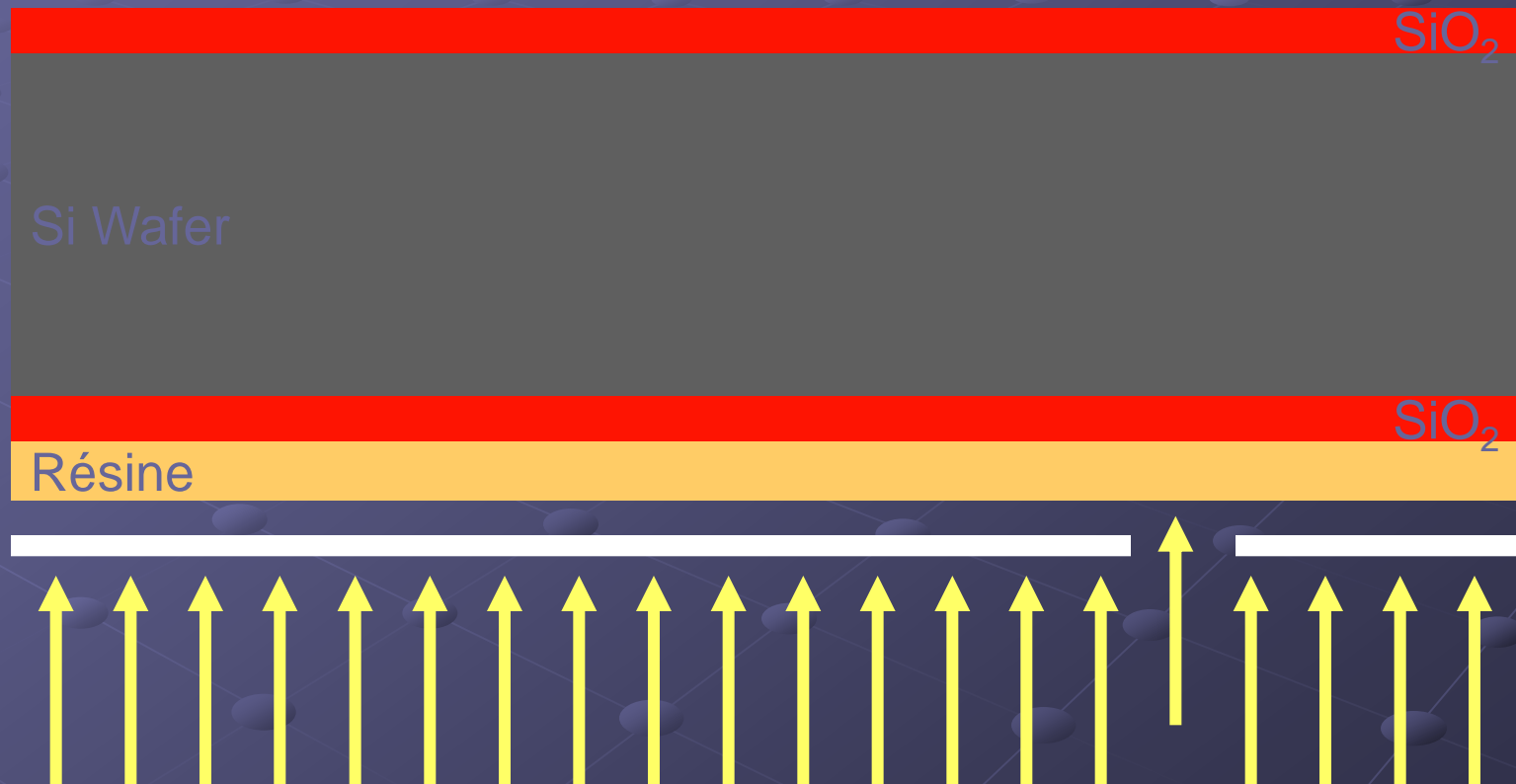
Etape de fabrication d'un cantilever AFM

2) Dépôt d'une couche de résine photosensible sur le back side



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

3) Photolithographie (exposition de la résine photosensible à travers un masque chrome/quartz)



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

4) Développement de la résine photosensible exposée



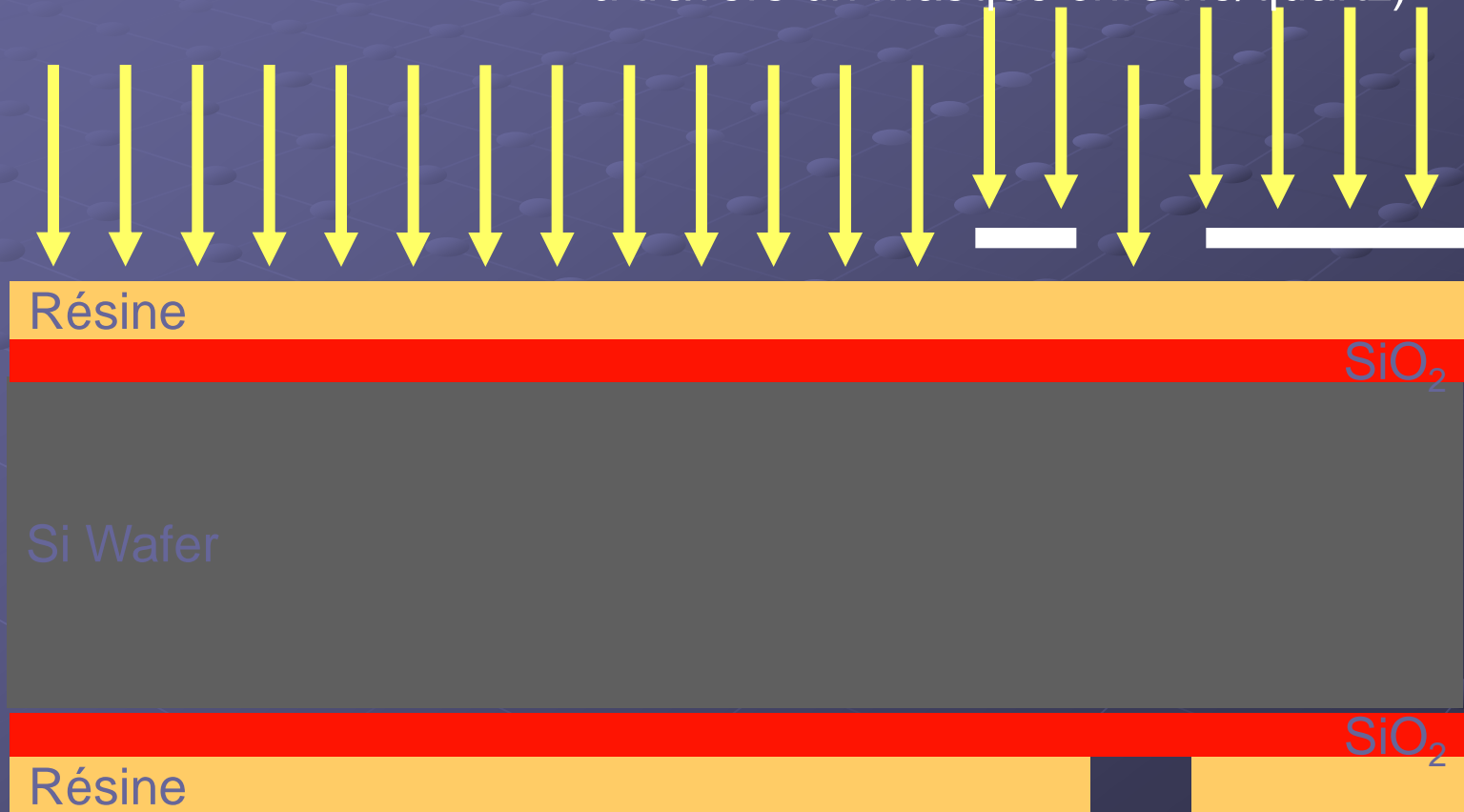
Etape de fabrication d'un cantilever AFM

5) Dépôt d'une couche de résine photosensible sur le front side



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

6) Photolithographie (exposition de la résine photosensible à travers un masque chrome/quartz)



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

7) Développement de la résine photosensible exposée



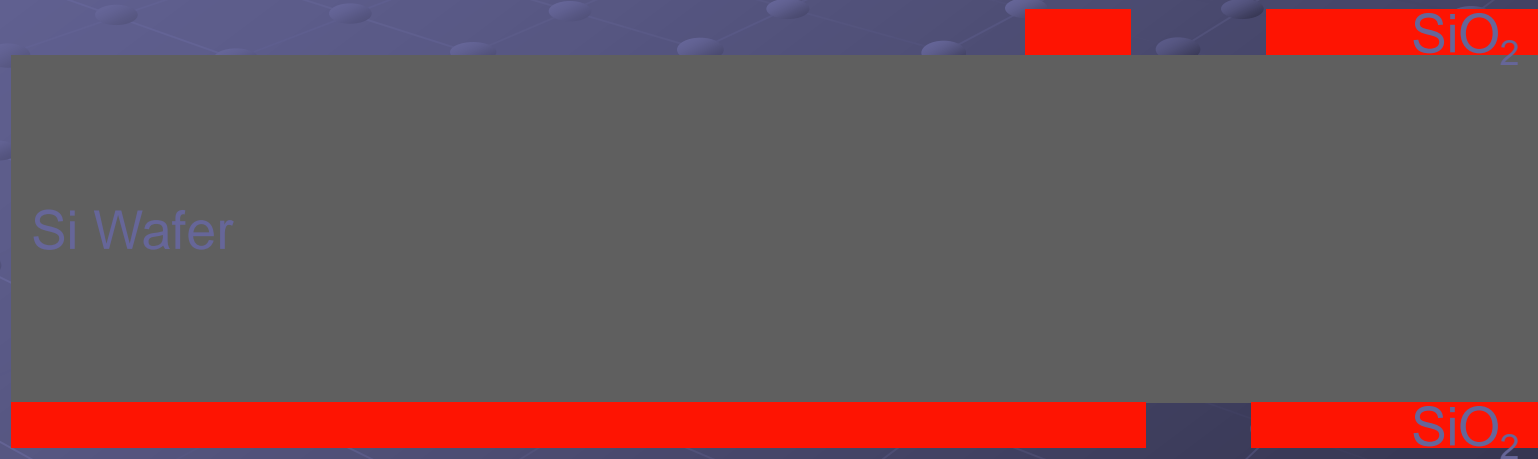
Etape de fabrication d'un cantilever AFM

8) Attaque humide isotrope de l'oxyde de Silicium dans du BHF



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

9) Dissolution de la résine photosensible dans de l'Acétone



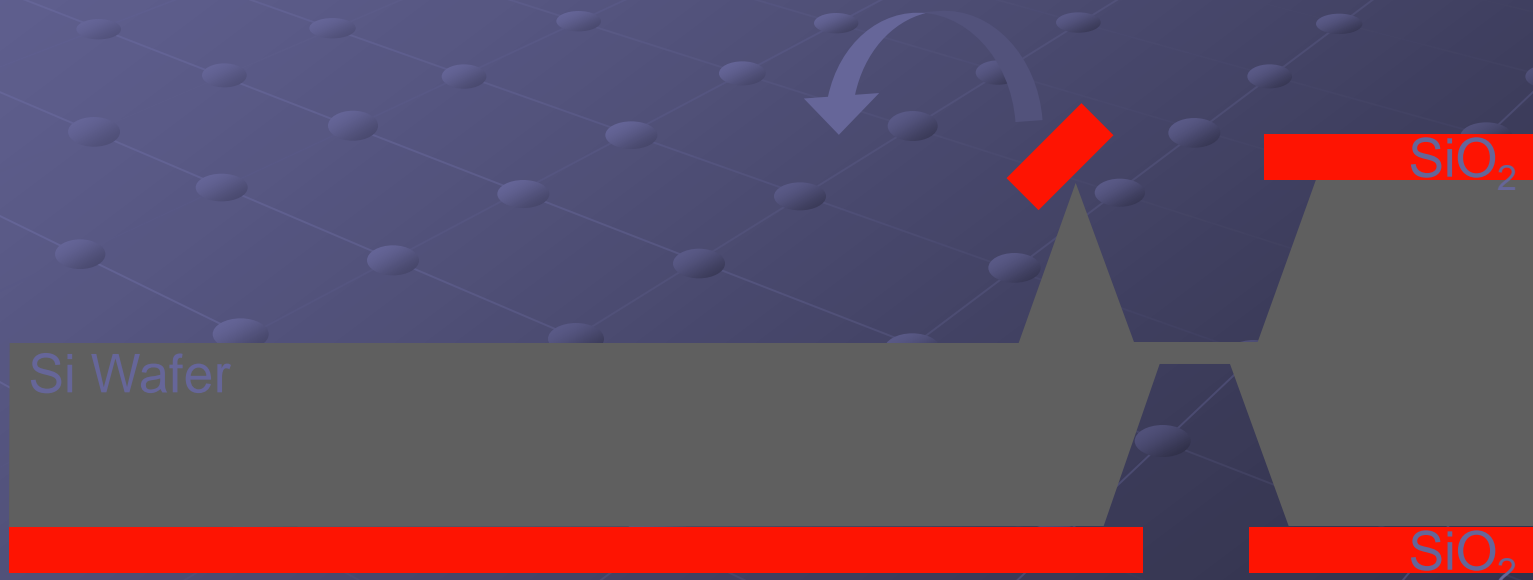
Etape de fabrication d'un cantilever AFM

10) Attaque humide anisotrope du Silicium dans du KOH
Cette étape relativement critique est réalisée en plusieurs fois



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

10) Attaque humide anisotrope du Silicium dans du KOH
La formation de la pointe est terminée lorsque le „chapeau“ d'oxyde se détache



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

11) Attaque humide isotrope de l'oxyde de Silicium dans du BHF



Si Wafer

The diagram shows a cross-section of a cantilever structure. A dark grey rectangular block on the left is labeled 'Si Wafer'. To its right, a thin, light grey layer represents the oxide. On top of this oxide layer, a cantilever structure is formed, consisting of a long horizontal beam and a vertical support on the right. The cantilever is made of a material different from the wafer, indicated by its lighter color. The background of the slide features a 3D visualization of a silicon crystal lattice with spheres representing atoms.

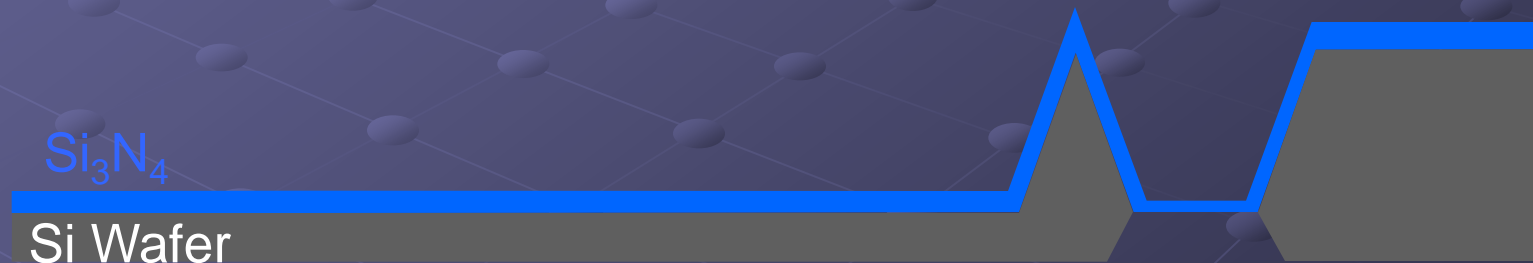
Etape de fabrication d'un cantilever AFM

12) Dépôt d'une couche de Nitrure de Silicium protégeant les pointes



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

13) Attaque humide anisotrope du Silicium dans du KOH
L'épaisseur du levier est déterminée lors de cette attaque



Etape de fabrication d'un cantilever AFM

14) Attaque humide isotrope du Nitrure de Silicium dans du H_3PO_4



Si Wafer

The diagram shows a grey rectangular block representing a Si Wafer. A long, thin, grey rectangular strip extends from the left side of the wafer. This strip terminates in a cantilever structure, which consists of a long, thin rectangular body that tapers into a sharp, triangular tip. To the right of the cantilever tip, there is a separate, larger grey rectangular block.

Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium

● Pourquoi le Nitrure de Silicium?

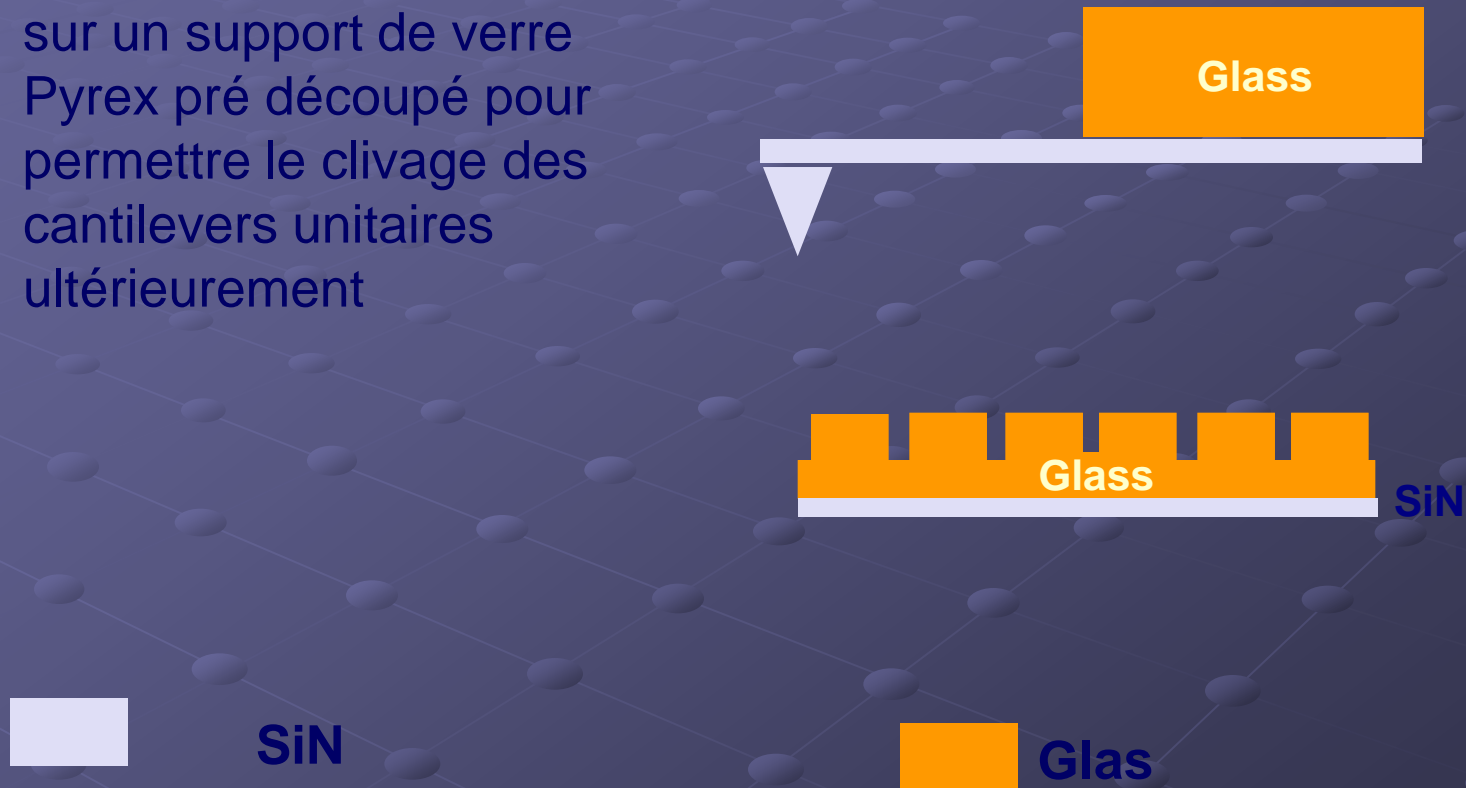
- Module de Young plus faible (valeur dépendant du mode et des conditions de dépôt) et donc raideur plus faible pour une géométrie de poutre donnée!
- Matériau intrinsèquement hydrophobe
- Inerte

Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium

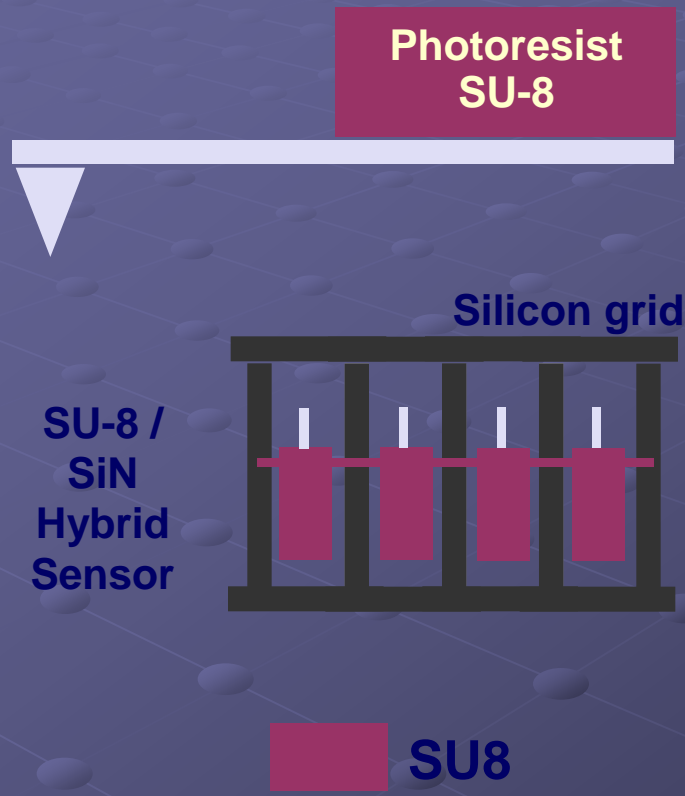
- Technologie conventionnelle hybride sur support Pyrex
 - Support moins académique que le wafer de Silicium 100
 - Rendement et qualité plus difficile à maintenir
 - Casse au moment du clivage du Pyrex
- Technologie alternative hybride sur SU8

Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium sur Pyrex (verre boro Silicate)

Process de dépôt Nitrure sur un support de verre Pyrex pré découpé pour permettre le clivage des cantilevers unitaires ultérieurement



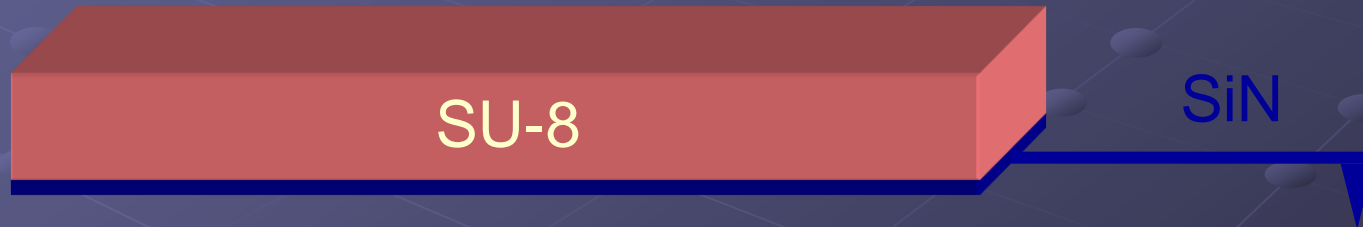
Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium sur SU8



- Tentative de remplacer le Pyrex par un wafer de Silicium (100) et du photoresist SU8

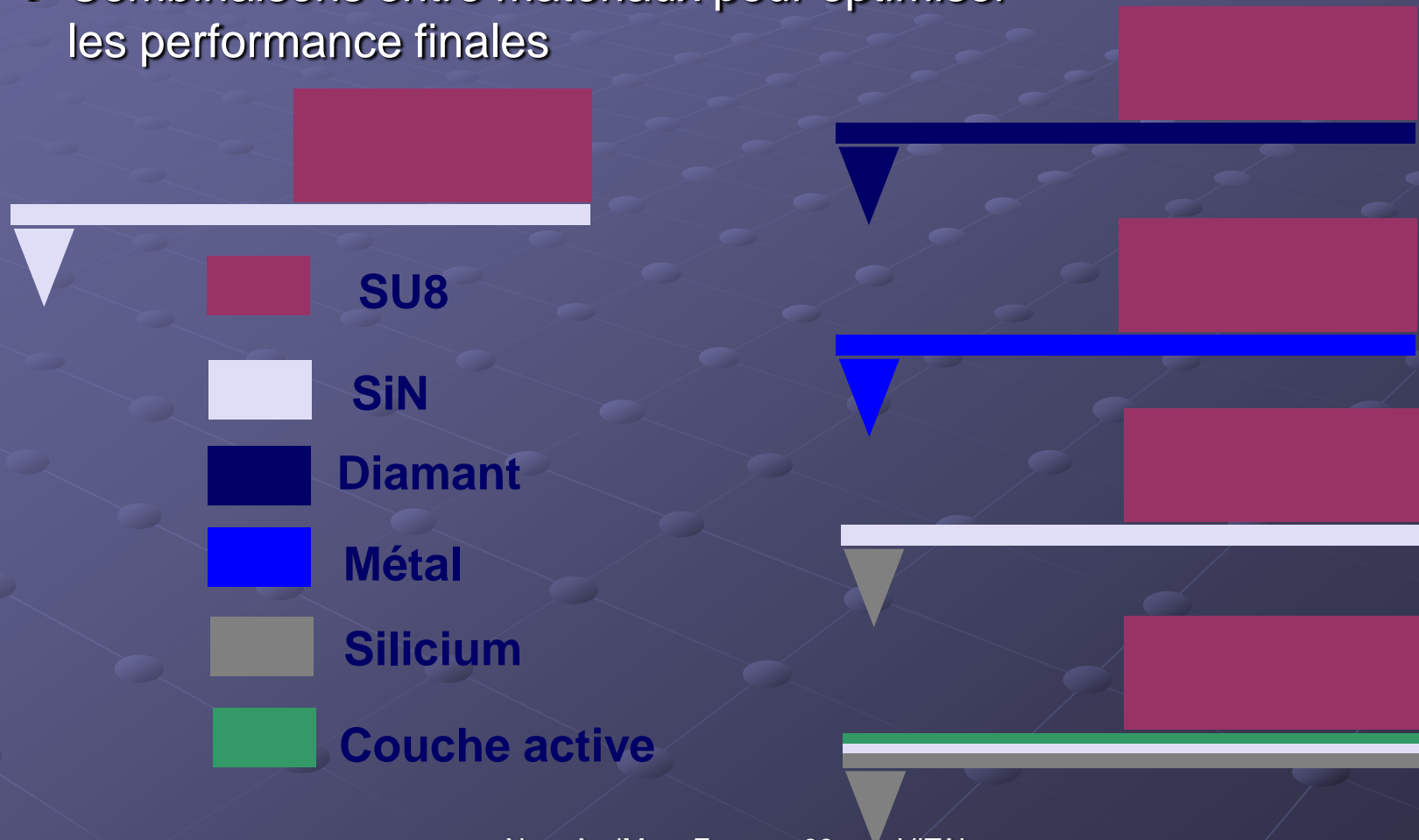
Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium sur SU8

- ❑ Ramener la technologie de fabrication à un process Silicium et utiliser les outils de la microelectronique
- ❑ Applications: soft contact pour la biologie



Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium sur SU8

- Combinaisons entre matériaux pour optimiser les performance finales



Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium

- Problème de Stress dans les Nitrures LPCVD entraine du bending des Cantilevers
- Solution:
 - 3 couches métalliques: Cr pour l'accrochage, Ti en barrière de diffusion et Au pour la réflectivité

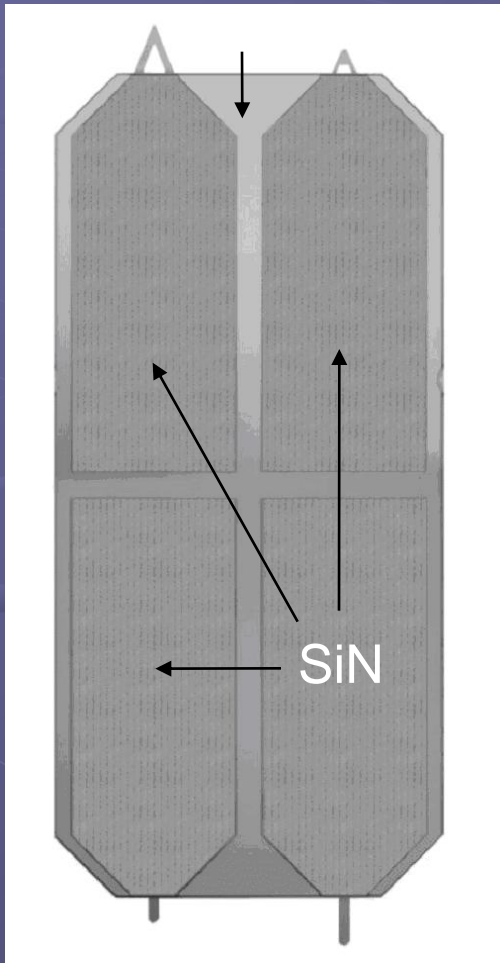


Déflexion avant dépôts métalliques

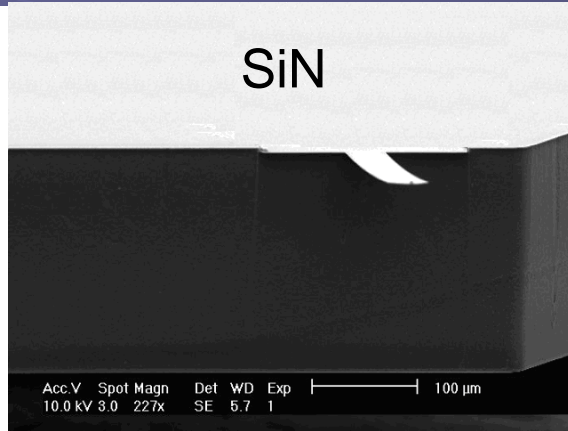


Déflexion après dépôts métalliques

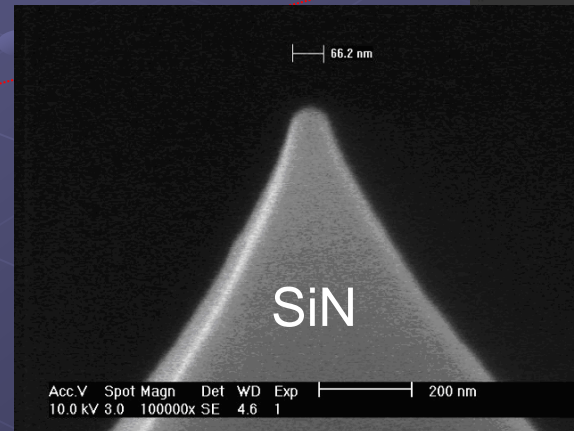
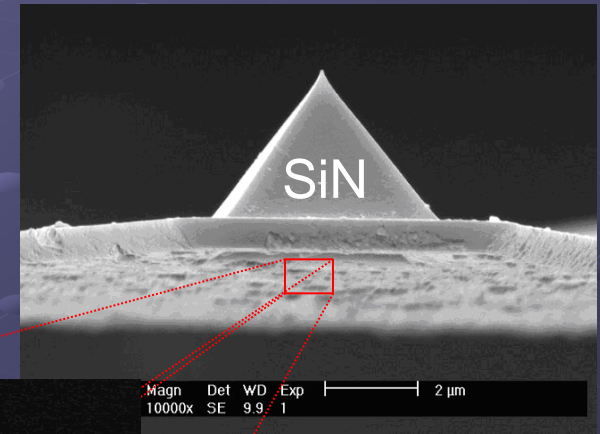
Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium



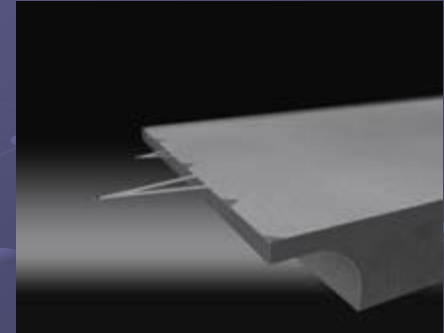
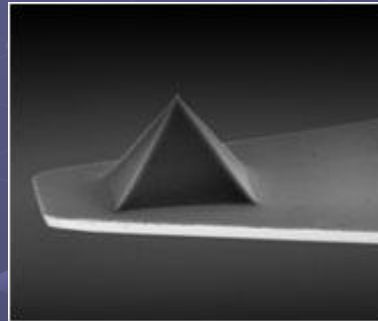
Top view



Side views



Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium

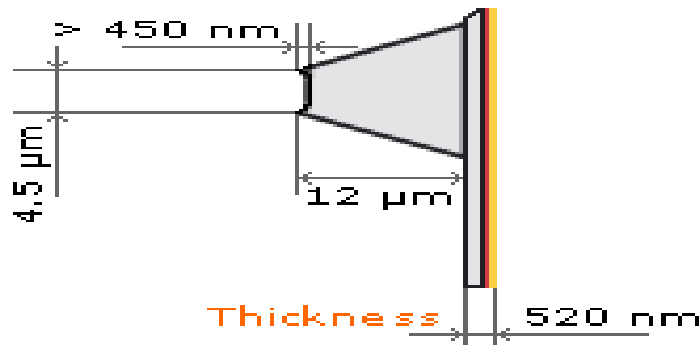


Caractéristiques	Leviers triangulaires	
Longueur	100µm	200µm
Const. raideur	0.32N/m	0.08N/m
Fréquence	67KHz	17KHz

affinage de la pointe par
oxydation et attaque chimique

Fabrication d'un cantilever Nitrure de Silicium

ATTENTION!!!!



Wedge tip with 12 μm overall tip height and > 450 nm effective tip height

Double tip spacing 4.5 μm

Tip Radius of curvature < 15 nm

Tip Set Back (first tip) < 12 μm

Half Cone Angle

70° - from Top and from Side

15° < at the apex (last 200 nm)

Cantilever Backside Coating:

— 10 nm Cr

— 60 nm Au

The oxide-sharpened wedge tip has two peaks per tip, a "twin tip". The protrusion at the cantilever's end is used for imaging, since the cantilever is mounted at some angle (e.g. 13 deg) which keeps only one tip interacting with the surface if the sample is sufficiently flat. (Valleys are not greater than 400 nm deep).



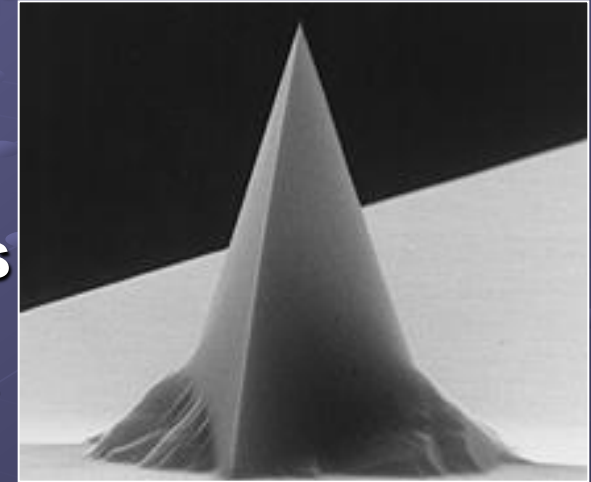
Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

- Les cantilevers de topographie classique ne permettent pas la mesure précise de forts rapport d'aspects
- Nécessité d'utiliser des systèmes anoblis ou re-processés pour obtenir des caractéristiques particulières

Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

Pointprobe NCH, NanoWorld AG

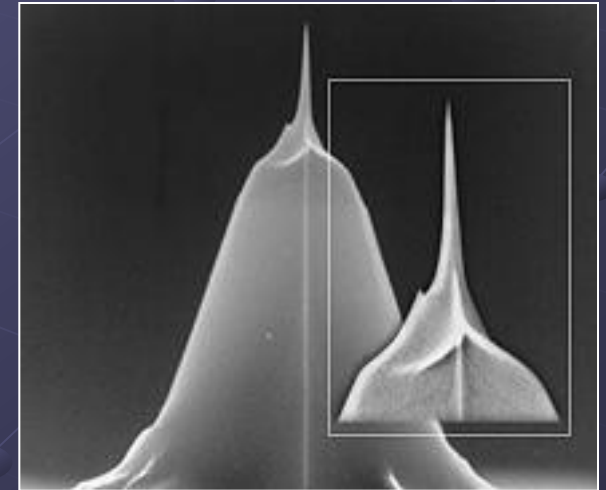
- **Pointes pyramidales à 3 ou 4 facettes**
- **Demi-angle macroscopique de 20° à 25° dans la direction du cantilever**
- **25° à 30° perpendiculairement au cantilever**
- **Virtuellement zero à l'extrémité de la pointe**
- **Rayon de pointe typiquement moins de 10 nm**
- **Demi-angle à l'apex moins de 10°**
- **Hauteur de pyramide de l'ordre de 10-15 μm**



Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

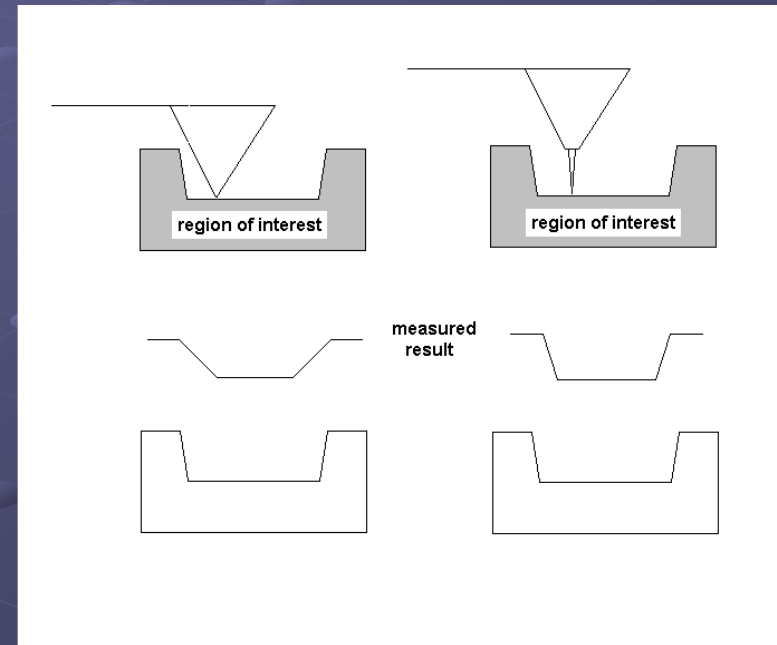
- La portion fort rapport d'aspect est supérieure à $2\mu\text{m}$ en hauteur et est symétrique par rapport à l'angle de vision!
- Rapport d'aspect typique sur ces $2\mu\text{m}$ de l'ordre de 7:1 (garanti 5:1)
- Demi angle de cône est plus petit que 5°
- Rayon de courbure typique meilleur que 10nm (garanti 15nm)

AR5-NCH, NanoWorld AG



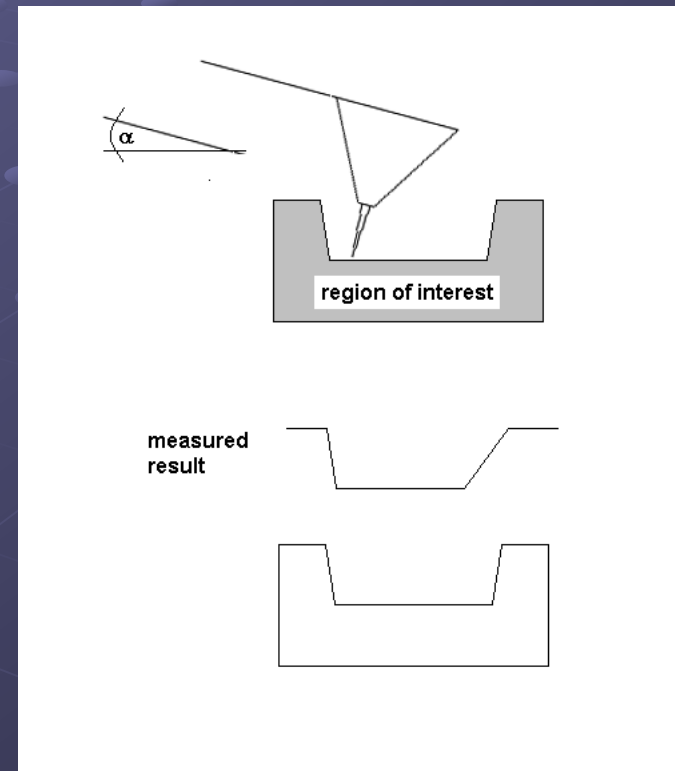
Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

- Avec pointe pyramidale
 - Les angles de Sidewall angles sont distordus
 - Le profil est convolué par la forme de la pointe et par le cone
- Avec pointe High Aspect Ratio
 - Les angles de sidewall apparaissent plus conforme à la réalité
 - L'imagerie d'une structure devient plus précise!



Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

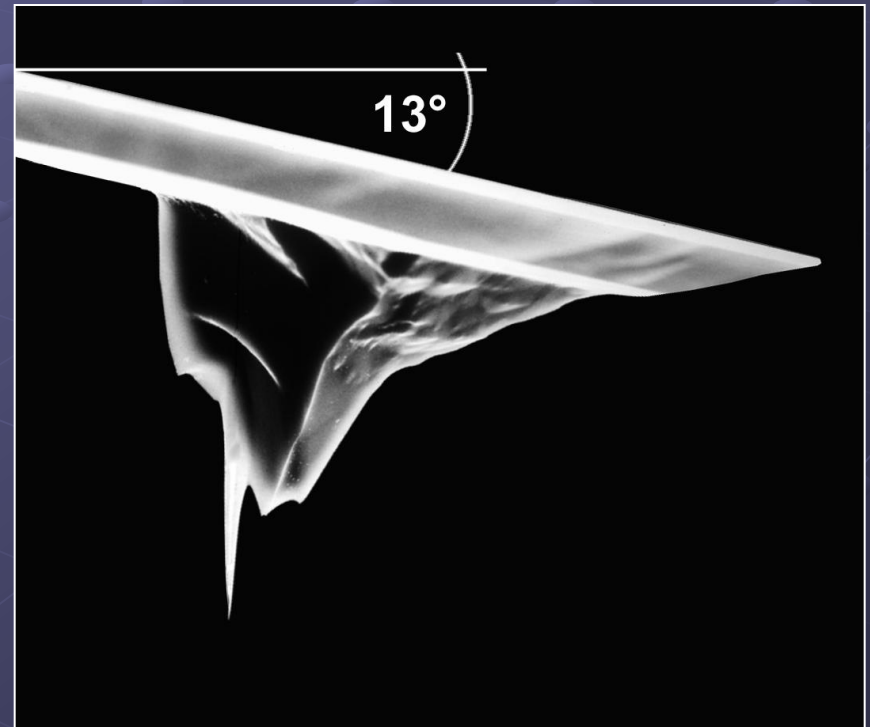
- En tenant compte de l'inclinaison de 13° du levier
 - L'axe de pyramide n'est pas perpendiculaire à la surface de l'échantillon!
 - La mesure de profil n'est pas symétrique!



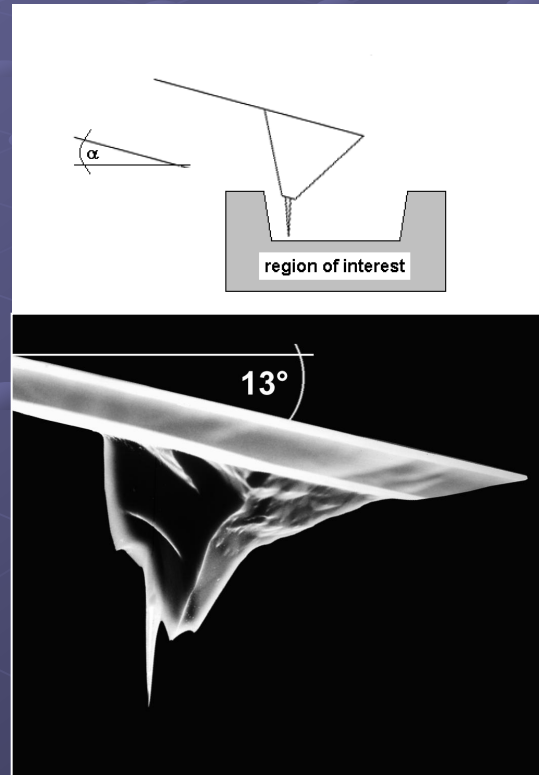
Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

■ Rattrapage de l'angle de Tilt de 13°

- L'axe du taiton affiné n'est plus parallèle à l'axe de pyramide

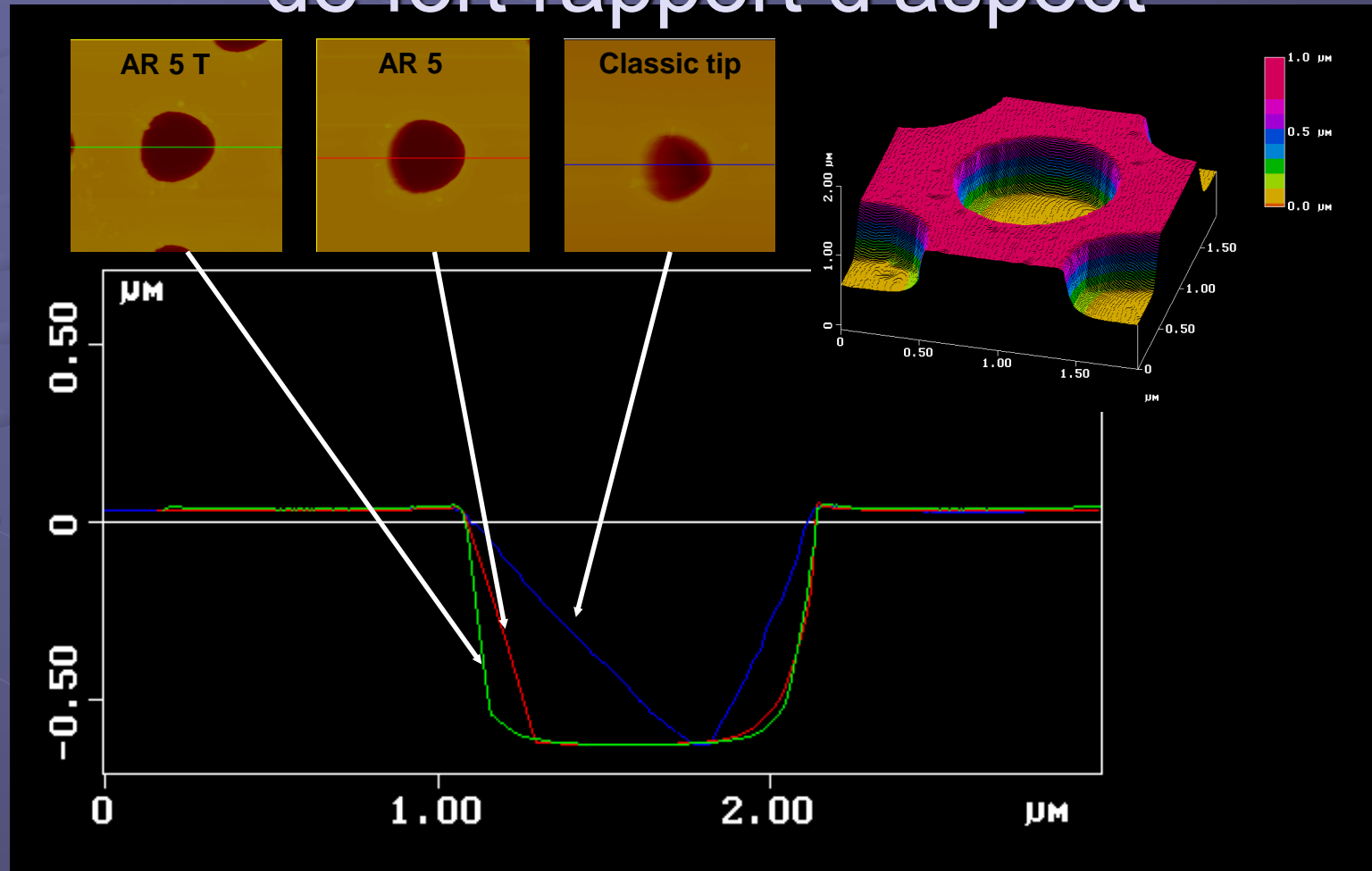


Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect



AR5T-NCH, NanoWorld AG

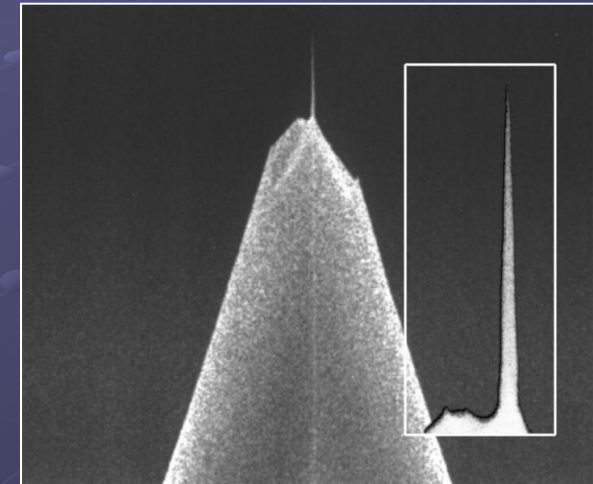
Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect



Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

AR10

- Longueur de la portion high aspect ratio $> 1.5 \mu\text{m}$, avec symétrie cylindrique
- Rapport d'aspect typique de la portion de $1.5 \mu\text{m}$ de l'ordre de 12:1 (garanti 10:1)
- Demi angle de cone de la portion aspect ratio typiquement $< 2.8^\circ$
- Rayon de courbure typique de pointe $< 10 \text{ nm}$



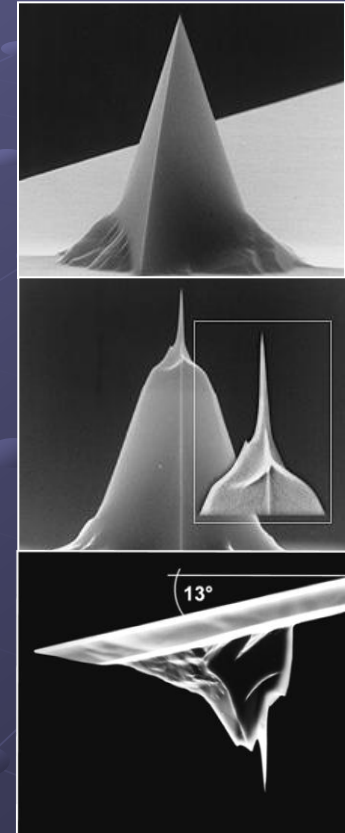
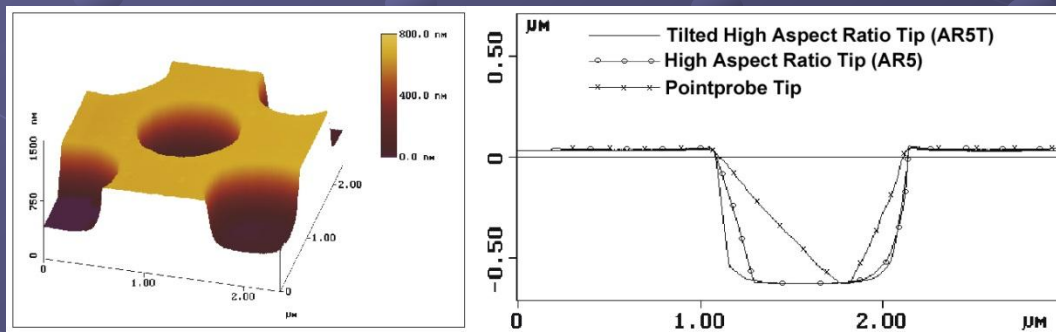
AR10-NCH, NanoWorld AG

AR10T

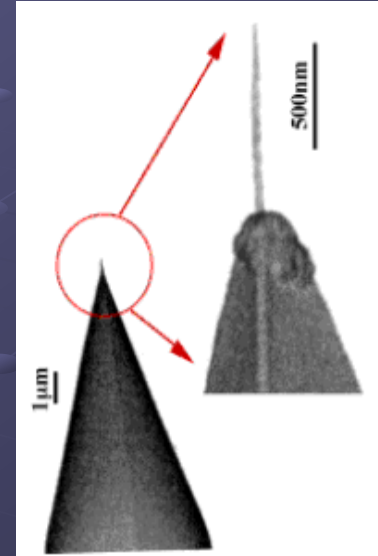
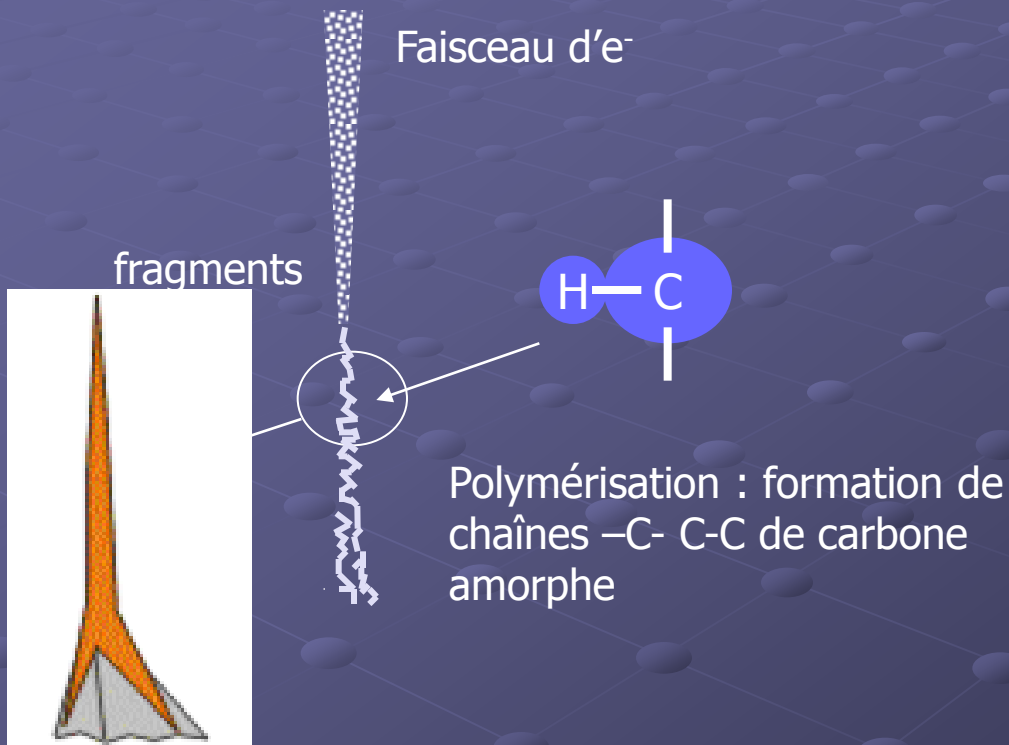
- Memes caractéristiques
- Taiton tilté de 13° par rapport à l'axe de pyramide

Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

- Gap de performance important entre une pointe de topographie classique et une pointe High Aspect Ratio
- Recommandé pour les géométries de trench profond, ou les topographies avec dimensionalités critiques
- Pointe high aspect ratio tiltée améliore encore plus la qualité de mesure



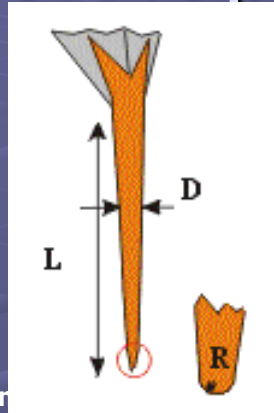
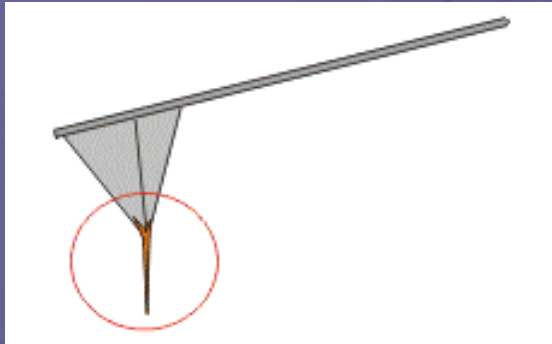
Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect



Propriétés de la pointe:

- Dureté du diamant mais élastique
- Non friable
- Hydrophobe
- Conducteur
- Supporte les acides et les bases

Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure de fort rapport d'aspect

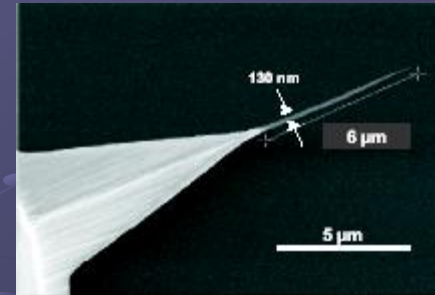


Pointes fabriquées sur mesure.

Toutes formes et dimensions possibles; exemples:



« Hook tip »



« Infinity tip »

Gamme Standard : Dimensions en μm

Universal U1	Universal U2	Universal U3	Metrology M1
L=300 +/- 100	L=600 +/- 200	L=1000 +/- 250	L=700 +/- 100
D ~ 50	D ~ 70	D ~ 100	D < 50
R ~ 10	R ~ 10	R ~ 10	R < 10

Super Long
SL2..SL
4
L=2000 à 4000
D ~ 150
R ~ 10

Spéciall
Sur mesure

Ball B
R= 10-50 nm
sur mesure

Lithography
L1
L=300 +/- 100
R < 10
tripod
stabilization



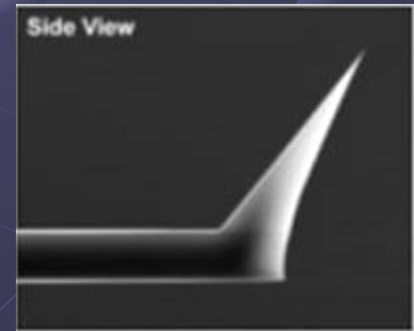
Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure électrique

● **Wafers de Silicium utilisés dopé à l'Antimoine à la limite de la solubilité:**

- densité de porteurs de 10^{19} cm^{-3}
- Matériaux à comportement semi-conducteur et non pas métallique
- Barrière de potentiel de surface ne permettant l'utilisation de ces pointes AFM directement!
- Surfaces de contact réduites et pas reproductibles
- Matériau friable ne permettant pas des mesures électriques sur des échantillons rugueux

Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure électrique

- Déposer un film métallique
 - Avantage: conduction métallique
 - Inconvénient: augmentation du rayon de courbure et diminution de la résolution

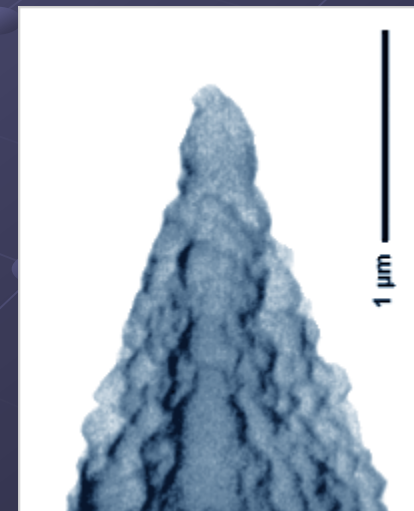
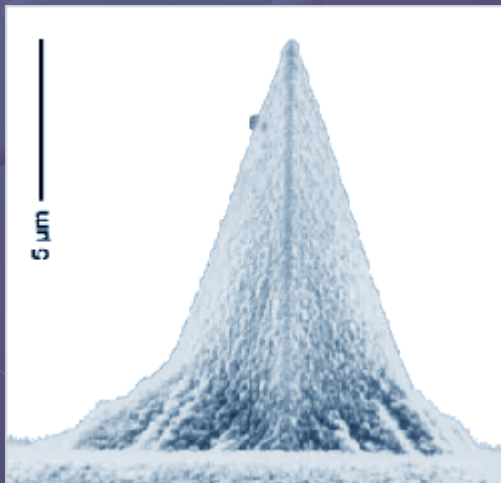


Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure électrique

- Métallisation Au, mais ne permet pas des mesures dynamiques!
- Métallisation utilisée: CrPt ou Cr PtIr5
- Dépôt de Cr (de l'ordre de 5nm) puis Pt ou PtIr5 (de l'ordre de 25nm)
- Permet d'obtenir des senseurs avec des conductivité métalliques mesuré sur couche mince de Pt (300 Ohms) avec un rayon de courbure spécifié meilleur que 25nm!

Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure électrique

- Si l'échantillon est rugueux ou abrasif:
 - Diamant dopé Bore
 - Diamant est un semi-conducteur à large gap, avec un niveau Accepteur profond
 - Conduction semi conductrice par trous



Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure électrique

- **Avantage:** résistant tribologiquement et conducteur
- **Inconvénient:**
 - **bonne résolution latéral en surface planar** car conduction et résolution assurés par les micro cristallites sur l'extrémité de la pointe (mais ceci n'est pas très reproductible d'une pointe à une autre)
 - **par contre mauvaise résolution sur surfaces structurées** (mode rayon de courbure qui est de 200 à 300nm!)

Contrainte technologique dans le choix du Cantilever: application à la mesure électrique

- Si 25nm est trop grand!
- Surpointe HDC rendue conductrice par adjonction de Tungstène lors du processus de polymérisation

Conclusion

- Le choix du senseur est important selon la problématique analytique
- Il est d'autant plus critique que la problématique est sévère!