Eine neue 3D Kalibrierstrategie für Mikro- und Nanomessverfahren

Dipl. Natw. ETH **M. Ritter**, Berlin; Dipl.-Phys. **T. Dziomba**, Braunschweig; Dr. **M. Xu**, Braunschweig; Dr. **L. Koenders**, Braunschweig; Dr. **A. Kranzmann**, Berlin

Kurzfassung

Wir präsentieren eine neue Methode für die umfassende dreidimensionale (3D) Kalibrierung von Rastersondenmikroskopen (SPM), bzw. Rasterkraftmikroskopen (SFM) und anderen, hochauflösenden Rastermikroskopen, wie konfokalen Laserrastermikroskopen (CLSM) und Rasterelektronenmikroskopen (SEM), mit einer 3D Mikrostruktur in der Form einer Stufenpyramide.

Im Gegensatz zu bisherigen Kalibriermethoden, für die separate laterale und vertikale Referenzstrukturen wie z.B. Gitter oder Stufenhöhen benötigt werden, basiert das hier vorgestellte neue Verfahren auf dem Prinzip von Referenzmarken und erlaubt unter optimalen Voraussetzungen die geometrische Kalibrierung von Rastermikroskopen in einem einzelnen Auswerteschritt. Zu diesem Zweck wurde ein Algorithmus zur Parameterschätzung einer dreidimensionalen geometrischen Transformation mit 3 Skalierungs- und 3 Kopplungsfaktoren entwickelt, der eine gleichzeitige, laterale und vertikale Kalibrierung erlaubt. Damit ist es mit der neuen Kalibrierstrategie möglich, lineare geometrische Führungsabweichungen im SPM zu bestimmen: laterale und vertikale Massstabsfehler sowie Kopplungseffekte die sich durch eine lateralen Koordinatenverschiebung in Abhängigkeit der Höhe äussern.

1. Einleitung

Ein wichtiger Beitrag für den Erfolg der Mikro- und Nanotechnologien war und ist die Möglichkeit, in diesem Massstabsbereich Objekte abzubilden und zu messen. Rastersondenmikroskope (SPM) und konfokale Laserrastermikroskope (CLSM) erlauben dabei die direkte räumliche Koordinatenmessung, während für Rasterelektronenmikroskope (SEM) die 3D Information meist indirekt aus mehreren Bildern photogrammetrisch berechnet wird. Für die Entwicklung und Etablierung von Koordinatenmessgeräten, die Messergebnisse liefern, welche direkt auf die SI-Einheit Meter rückgeführt werden können, ist Erfahrung und eine aufwendige Infrastruktur notwendig - Voraussetzungen die häufig nur von nationalen Metrologischen Instituten (NMIs) aufgebracht werden [1]. Daher werden die meisten kommerziellen Rastermikroskope, die in Wissenschaft, Forschung oder Industrie im Einsatz sind, durch physikalische Transferstandards kalibriert. Für solche SPMs wurden bisher eine Vielzahl von dimensionellen Standards entwickelt, die auch von einer Reihe von internationalen Unternehmen bezogen werden können [2].

Wir stellen hier eine alternative Kalibrierstrategie vor, die auf dem Prinzip der Auswertung der Koordinaten von Referenzmarken beruht, und die für eine Vielzahl von Rastermikroskopen geeignet ist. Für diese Kalibrierung werden im Gegensatz zu den repetitiven 1D und 2D Standards einzelne 3D Mikrostrukturen verwendet. Auf den 3D Strukturen sind Nanomarker aufgebracht, die als Referenzpunkte mit definierten räumlichen Objektkoordinaten dienen.

2. Prinzip der Referenzmarken-basierten geometrischen SPM Kalibrierung

2.1 Geometrische Kalibrierung von Rasterkraftmikroskopen

Die geometrische Kalibrierung von Rastermikroskopen ist notwendig um präzise dimensionelle Koordinatenmessungen durchzuführen.



Abbildung 1. Die SPM Rasterbewegung bildet das Messkoordinatensystem w im Referenzkoordinatensystem x.

Ein Grossteil der systematischen Fehler, welche in Messungen von SPMs auftreten, stammen dabei von Ungenauigkeiten und Verzerrungen im Rastersystem. Eine ideale Rasterbewegung bildet ein Koordinatensystem **x** aus, welches orthogonale Achsen und eine konstante Schrittweite in alle Raumrichtungen aufweist (Abb. 1). SPM Messungen mit einem typischen Instrument bilden jedoch das Messkoordinatensystem waus, welches lediglich eine Näherung an ein ideales Koordinatesystem darstellt, hauptsächlich aufgrund der Präzisionsgrenzen der verwendeten Hardware, welche für die Rasterbewegung verantwortlich ist (Abb. 1). Eine Übersicht über mögliche Abweichungen und Verzerrungen in der Rasterbewegung, hervorgerufen durch Hardwarefehler oder auch externe Faktoren, ist in [3] aufgeführt.

2.2 Etablierte Kalibrierstrategien

Die Kalibrierung von SPMs wird üblicherweise in mehreren Schritten durchgeführt, u.a. mit separaten Messungen für die Bestimmung der lateralen (c_x, c_y) und vertikalen (c_z) Massstabskorrekturfaktoren. Falls notwendig, werden zusätzlich Parameter für die Bestimmung der Kopplung (c_{xy}) der lateralen Achsen, und für Nichtlinearitäten bestimmt [4]. Es existieren diverse Referenzstrukturen für die SPM Kalibrierung: 1D bzw. 2D Gitter mit einer Gitterweite von wenigen Nanometern bis hin zu mehreren Mikrometern für die laterale Kalibrierung, oder aber 1D Höhenstufen ebenfalls bis hin zu einer Höhe von mehreren Mikrometern für die vertikale Kalibrierung. Generell erfolgt während der SPM Kalibriermessungen eine Entkopplung der Bestimmung der lateralen von der Bestimmung der vertikalen Korrekturfaktoren. Anders ausgedrückt wird durch die sequentielle Trennung der lateralen von der vertikalen Kalibriermessung die Bestimmung des vertikalen Korrekturfaktors zu einer Mittelwertbildung, die unabhängig von der lateralen Rasterposition ist; eine Situation, welche während einer Messung selbst nie gegeben ist.

2.3 3D Kalibrierung mit Referenzmarken

Wir zeigen hier, dass ein integriertes Modell für die 3D Kalibrierung in einem Schritt möglich ist und dabei die Geometrie des Rasterprozesses präzise erfasst, eben weil die Kalibrierroutinen nicht in sequentiellem Ablauf durchgeführt werden müssen. Dieser alternative Kalibrieransatz, mit dem geometrische Verzerrungen des Rasterprozesses bestimmt werden, basiert auf 3D Referenzstrukturen mit bekannten Objektkoordinaten, in unserem Fall verfügbar durch spezielle Referenzmarken (Nanomarker, Abb. 2). Ganz generell sind Nanomarker unzweideutige und einfach zu erkennende Merkmale auf Objekten, die benutzt werden um Bildkoordinaten im 2D-Raum, bzw. Objektkoordinaten im 3D-Raum zu definieren. Weil Referenzmarken diskrete Positionen auf einem Objekt darstellen, werden sie häufig in den Geoinformationswissenschaften eingesetzt (Abb. 2). Im Mikrobereich können die Objektkoordinaten der Nanomarker, z.B. mittels metrologischem SPM gemessen werden. Die 3D Koordinaten der Nanomarkermessung dienen dann als Referenzdaten für die Kalibrierung von Massstab und Kopplung von verschiedenen Anwendergeräten.



Abbildung 2. Beispiele von Referenzmarken in zwei Massstabsbereichen – links, Referenzmarken für die Unfallforschung (www.dekra.de) - rechts, Nanomarker für die Kalibrierung im Mikro- und Nanobereich.

Abb 1. zeigt beispielhaft die möglichen räumlichen geometrischen Verzerrungen im Messkoordinatensystem **w**, hervorgerufen durch Führungsabweichungen im Rastervorgang und Unstimmigkeiten im Regelkreis. Um nun das verzerrte Messkoordinatensystem **w** mit den gemessenen Koordinaten (w_x, w_y, w_z) durch räumliche Transformation in das Referenzkoordinatensystem **x** mit bekannten, oder zumindest mit kleiner Unsicherheit bestimmten Objektkoordinaten (X,Y,Z) zu überführen, werden lineare 3D Transformationsparameter verwendet, wie in Gleichung 1 dargestellt:

x = R * M * S * w + t

(1)

Die zugrunde liegende Transformation beinhaltet mehrere Freiheitsgrade: die rigide Verschiebung des Körpers im Raum durch die Rotationsparameter (**R**) und Translationsparameter (t), drei Massstabsfaktoren für alle Raumrichtungen (M) sowie die Kopplungsfaktoren (S) um jeweils die Lage zweier Koordinatenachsen zueinander zu beschreiben. Die Parameter von **M** (c_x, c_y, c_z) sowie die Parameter von **S** (c_{xy}, c_{xz}, c_{yz}) sind die zu bestimmenden, linearen Korrekturfaktoren für die hier beschriebene geometrische Kalibrierung. Um überhaupt die Parameterschätzung für die Bestimmung der Korrekturfaktoren durchführen zu können, müssen allerdings korrespondiere

Koordinatenpaare in den Koordinatensystemen **w** und **x** vorliegen. Diese homologen Objektkoordinaten werden von den Nanomarkern geliefert. Die Güte, bzw. die Qualität der Registrierung der Koordinatenpaare wird durch den resultierenden mittleren Punktfehler ξ_p definiert (Gleichung 2), welcher als Nebenprodukt der für die Registrierung verwendeten Kleinste-Quadrate-Parameterschätzung abfällt, und aus der Wurzel der gewichteten quadratischen Summe der Restabweichungen berechnet wird.

$$\xi_p = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sqrt{(x_i - w_{xi})^2 + (y_i - w_{yi})^2 + (z_i - w_{zi})^2}$$
(2)

Zur einfacheren Beschreibung ist in Gleichung 2 der mittlere Punktfehler von ungewichteten Restabweichungen aufgeführt. Ein kleiner ξ_p bedeutet kleine Restabweichungen nach der erfolgten Parameterschätzung, und impliziert damit ein genaueres Modell, d.h. ein Modell welches die Kalibrierung physikalisch adäquat beschreibt.

2.4 Herstellung und Design der 3D Referenzstruktur

Als Methode für die Herstellung der 3D Mikrostrukturen, welche als Träger der Nanomarker dienen, wählten wir die mittels fokussiertem Ionenstrahl (FIB) induzierte Metallabscheidung.



Abbildung 3. Prototyp einer 3D Referenzstruktur, hergestellt durch FIB-induzierte Metalldeposition. Das Array besteht aus drei pyramidenförmigen 3D Strukturen mit ringförmigen Nanomarkern.

Auch die Nanomarker wurden dann mittels FIB aufgeätzt [5]. Als Form wurde die bewährte Stufenpyramide gewählt [6]. Dadurch ist eine optimale Verteilung der Nanomarker auf dem Referenzfeld möglich, sowohl lateral als auch in der Höhe (Abb. 3). Wichtig für die stabile Funktionsweise der Kalibrierstrategie ist ausserdem die optimale Gestalt der Nanomarker. Wir haben uns für ringförmige Marker entschieden, um eine optimale digitale Bildverarbeitung der Messdaten zu gewährleisten. Der Radius von ungefähr 200 nm wurde gewählt, damit zukünftig auch optische Messverfahren kalibriert werden können, welche eine geringere Auflösung als SPM oder SEM bieten (Abb. 2).

3. Resultate

3.1 SPM Messgerät

Die Messungen an den 3D Referenzstrukturen wurden mit einem optimierten, kommerziell erhältlichen Rasterkraftmikroskop (SIS nc-SFM – eine stabilisierte, modifizierte NANOStation II, SIS GmbH, Herzogenrath) im PTB Reinraumzentrum durchgeführt. Das Instrument basiert auf einem Axiotech 100 H (Zeiss) und ist eine Kombination aus optischem Mikroskop und non-contact SFM, wobei der Messkopf wie ein Objektiv auf den Objektivhalter des Mikroskops geschraubt werden kann. Dieses SFM gehört zwar nicht zur Klasse der direkt rückführbaren, metrologischen SPMs (mit laserinterferometrischer Positionskontrolle), ist aber mit einer Arbeitsbühne mit geschlossenem Regelkreis und kapazitiven Sensoren (PI Instrumente, Karlsruhe), sowie einem z-Sensor mit Piezostack Physik und Dehnungsmessstreifen ausgestattet. Das Gerät wird mit Transferstandards kalibriert, welche in internationalen Vergleichen getestet, oder welche durch Messungen mit dem metrologischen SPM der PTB basierend auf der Nanomessmaschine [7] zertifiziert wurden.

3.2 Komparative SPM Auswertung

Zunächst wurden Messungen des gesamten Arrays (Abb. 3) und aller enthaltenen Pyramidenstrukturen durchgeführt (Pixelgrösse 54 nm bis 90 nm). Anschliessend wurden Teile des Arrays sowie einzelne Pyramiden mit höherer Auflösung gerastert (Pixelgrösse ca. 20 nm). Beide Messserien wurden dann mit um 90 Grad gedrehter Struktur wiederholt. Alle Messungen wurden mit denselben Geräteparametern und unter denselben Messbedingungen durchgeführt, mit denen auch das SIS nc-SFM kalibriert wurde. Die Nanomarkerkoordinaten wurden jeweils mit digitalen Bildverarbeitungsalgorithmen mit Subpixelgenauigkeit bestimmt. Die Nanomarkerkoordinaten der Messung bei 0 Grad transformiert (registriert). In diesem Fall der vergleichenden Messung sind jedoch keine Referenzkoordinaten **x** bekannt. Daher wurde Gleichung 1 angepasst, um die beiden Koordinatenpakete **w** (w_x , w_y , w_z), gemessen bei 0 Grad, und **w'** (w'_x , w'_y , w'_z), gemessen bei 90 Grad, über eine Parameterschätzung zu registrieren:

$$w = R * M * S * w' + t$$
 (3)

In einem ersten Experiment wurden nur rigide Parameter - 3 Rotationen und 3 Translationen - für die Parameterschätzung als Freiheitsgrade verwendet. Es resultierte ein mittlerer Punktfehler von 166 nm, der metrische Wert, welcher 2 Pixel in den Messungen repräsentieren (Tabelle 1). Wird das Kalibriermodel um zusätzliche Freiheitsgrade – 3 Massstäbe und 3 Kopplungsfaktoren – erweitert, sinkt ξ_p auf lediglich 30 nm, also dem Wert der ungefähr einem Drittel der metrischen Grösse eines Pixel in dieser Messung entspricht (Tabelle 1).

Geschätzte Parameter	Rigide 3D Registrierung	Affin (Standardabweichung)
Massstab c _x	-	0.999 (0.000)
Massstab c _y	-	1.002 (0.000)
Massstab c _z	-	1.000 (0.001)
Kopplung c _{xy}	-	-0.006 (0.000)
Kopplung c _{xz}	-	-0.149 (0.001)
Kopplung c _{yz}	-	0.154 (0.001)
Mittlerer Punktfehler ξ_p [nm]	166	30

Tabelle 1. 3D Registrierung der Nanomarkerkoordinaten gemessen im SPM bei 0 und 90 Grad mit 6 (rigide) bzw. 12 (affin) Freiheitsgraden.

Beide lateralen Achsen weisen in Bezug auf die vertikale Achse starke Scherungen auf, erkennbar an den Kopplungsparametern c_{xz} von -0,149 und c_{yz} von 0,154. Beide Faktoren c_{xz} und c_{yz} sind dabei ungefähr gleich gross, jedoch mit umgekehrtem Vorzeichen, d.h. in entgegengesetzter Raumrichtung. Das Resultat lässt daher den Schluss zu, dass eine Kopplung nur zwischen hauptsächlich einer lateralen Koordinatenrichtung und der vertikalen Koordinatenrichtung stattfindet. Ursache dafür ist folgende Überlegung: wird ein nicht verformbares Objekt in einem Gerät mit verzerrtem Koordinatensystem **w** gemessen und um 90 Grad im Raum gedreht, dann wird die gemessene Scherung virtuell mitgedreht, hier dargestellt als Koordinatensystem **w**'. Werden die im rotierten Koordinatensystem gemessenen Koordinaten auf die im nicht-rotierten Koordinatensystem gemessenen Koordinaten durch die Parameterschätzung transformiert, dann weisen scheinbar beide lateralen Raumrichtungen eine Kopplung zur vertikalen Richtung auf. Daher kann mit komparativen Messungen zwar eine räumliche Kopplung nachgewiesen werden, es ist aber nicht möglich, die tatsächliche laterale Richtung des Kopplungsfaktors zu bestimmen.

3.3 Korrelative Auswertung der Nanomarkerkoordinaten mit SEM und SPM

Da durch die vergleichenden Messungen (Tabelle 1) die im Gerät auftretende, räumliche Kopplung nicht direkt bestimmt werden kann, wurden die Nanomarkerkoordinaten in einem weiteren Experiment mit SEM Bilddaten und deren photogrammetrischen Auswertung bestimmt [8,9]. Für diese korrelative Analyse wurde ebenso wie für die vergleichende Messung ein Array aus Mikropyramiden verwendet, allerdings handelt es sich um einen früheren Prototypen ähnlich zu dem in Abbildung 2 gezeigten Array. Die Nanomarkerkoordinaten einer geeigneten Pyramide wurden neben der photogrammetrischen Rekonstruktion wiederum mit dem SIS nc-SFM vermessen. Die aus den beiden Messungen resultierenden homologen Nanomarkerkoordinaten wurden über Parameterschätzung räumlich aufeinander transformiert (Gleichung eine 1). In verschiedenen Modellen wurde die Anzahl der Freiheitsgrade variiert, um die Auswirkungen einzelner Korrekturfaktoren besser abschätzen zu können (Tabelle 2).

	-					
Parameter	3D (6)	3D (9)	3D (10)	3D (10)	3D (10)	3D (12) (Standardabw.)
Massstab c _x	-	0.998	0.998	0.998	0.999	0.998 (0.000)
Massstab c _y	-	0.998	0.998	0.998	0.999	0.999 (0.000)
Massstab c _z	-	0.984	0.984	0.983	0.984	0.983 (0.001)
Kopplung c _{xy}	-	-	0.001	-	-	0.003 (0.000)
Kopplung c _{xz}	-	-	-	0.011	-	0.011 (0.001)
Kopplung c _{yz}	-	-	-	-	0.134	0.134 (0.001)
	-					
Mittl. Punkt- fehler ξ _ρ [nm]	83	82	82	82	13	10

|--|

So fällt der mittlere Punktfehler ξ_p auf lediglich 10 nm, wenn die Koordinatensätze über ein affines Transformationsmodell mit 3 Massstäben und 3 Kopplungsfaktoren registriert werden. Die Interessante Information dabei ist, dass ξ_p schon bei 3 Masstäben und einem einzelnen Kopplungsfaktor c_{yz} signifikant reduziert wird. In diesem Fall fällt ξ_p von den 83 nm (rigides Transformationsmodell) auf lediglich 13 nm, was wiederum ungefähr einem Drittel der metrischen Grösse eines Pixels in den Messungen entspricht. Das Experiment zeigt damit sehr deutlich, zwischen welchen Achsen im SIS nc-SFM die räumliche Verzerrung tatsächlich auftritt. Die doch sehr starke Abweichung von der Orthogonalität zwischen der yund der z-Koordinatenachse während der Abtastvorganges im Rasterkraftmikroskop kann eventuell auf das Design des SIS nc-SFM zurückgeführt werden. Der z-Piezostack im SIS UltraObjective[™] könnte schräg eingebaut worden sein. Eine andere Möglichkeit besteht darin, dass sich der Piezostack während der Messung verbeugt. Die erste Vermutung ist allerdings wahrscheinlicher, da eine Krümmung des Piezos sich nicht als lineare Verschiebung, sondern als Verzeichnung höherer Ordnung im geometrischen Modell bemerkbar machen würde. Das Ergebnis insgesamt ist aber neu, da Kalibriermessungen an diesem Gerät immer nur bei Referenzstrukturen mit wesentlich geringerer Höhe durchgeführt wurden, die dementsprechend das Kalibrierresultat nicht beeinflusste.

4. Diskussion und Ausblick

Der Vorteil der vorgestellten, neuartigen 3D Kalibriermethode liegt vor allem sowohl darin, den Rasterprozess für eine Reihe von Rastermikroskopen genauer zu modellieren und die gesamte Messgenauigkeit zu erhöhen, als auch in der Möglichkeit, den Aufwand für Kalibriermessungen erheblich zu reduzieren, da eine simultane und damit direkte räumliche Kalibrierung in einem Schritt durchgeführt werden kann.

Wir möchten darauf hinweisen, dass weitere Unsicherheitsanalysen für die neuartigen 3D Strukturen noch durchgeführt werden. Nicht zuletzt sollen die Ergebnisse dieser Untersuchungen auch in die Modellierung des "virtuellen SFMs" einfliessen. Die Kalibriermethode selbst erscheint schon als Alternative bzw. Ergänzung zu bisherigen Kalibrierrichtlinien in den VDI/VDE Richtlinien 2656, welche endgültig im Frühjahr veröffentlicht werden sollen.

5. Literaturangaben

[1] Wilkening G., 2004, Messtechnik für die Nanotechnolgie – eine Herausforderung für die PTB. *PTB Mitteilungen* 114 1–2.

[2] Eine aktuelle Liste der kommerziell erhältlichen Standards kann auf der PTB Internetseite abgerufen werden http://www.ptb.de/de/org/5/51/514/revstandardsspm.pdf

[3] Henriksen K., and Stipp S. L. S., 2002, Image distortion in scanning probe microscopy. *American Mineralogist* 87 (1) 5–16.

[4] Jørgensen J. F., Jensen C. P. and Garnaes J., 1998, Lateral metrology using scanning probe microscopes, 2D pitch standards and image processing. *Applied Physics* A 66 847–852.

[5] Giannuzzi L. A., Prenitzer B. I. and Kempshall B. W., 2004, *Introduction to Focused lon Beams* (New York).

[6] Ritter M., Hemmleb M., Sinram O., Albertz J. and Hohenberg H., 2004, A versatile 3D calibration object for various micro-range measurement methods. *Proceedings XXth ISPRS Congress Istanbul.* 25 696-701.

[7] Dai G., Pohlenz F., Danzebrink H. U. et al., 2004, Metrological large range scanning probe microscope. *Review of Scientific Instruments* 75 962-969.

[8] Koenig G., Nickel W., Storl J., Meyer D. and Stange J., 1987, Digital stereophotogrammetry for processing SEM data. *Scanning* 9 (5) 185–193.

[9] Hemmleb M., Albertz J., Schubert M., Gleichmann A. and Köhler J. M., 1995, Photogrammetrische Bestimmung der Krümmung einer Mikrokantilever-Probe mittels Rasterelektronenmikroskop. *Beiträge zur Elektronenmikroskopischen Direktabbildung von Oberflächen (BEDO)* 28 65–72.

6. Anmerkungen

Dieses Projekt wurde teilweise von der DFG gefördert (SPP 1159 "StraMNano", KR 987/2-1 and KO 1483/2-1). Wir möchten uns bei allen nachfolgend Aufgeführten für die grosse Unterstützung bedanken: M. Hemmleb (m2c GbR, Potsdam) für die SEM Analysesoftware; B. Lich und P. Faber (FEI Company, Eindhoven) für die FIB Benutzung, K. Chkhikvadse (PTB, Braunschweig) und H. Hohenberg (HPI, Hamburg).