

JEITA

電子情報技術産業協会規格

Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

JEITA EM-3505

AFMにおける1nmオーダーの高さ校正法

Height calibration in 1nm order for AFM

JEITA半導体部会 シリコン規格管理小委員会の終息に伴い、本規格は
2016年3月（平成28年3月）をもって廃止されました。
シリコン規格管理小委員会の活動記録として公開するものです。

2002年7月制定

2016年3月廃止

作 成

シリコン技術委員会

Silicon Technologies Committee

発 行

社団法人 電子情報技術産業協会

Japan Electronics and Information Technology Industries Association

目 次

1. 適用範囲	1
2. 用語の定義	1
3. 校正試料測定方法及び校正方法	1
3.1 概 要	1
3.2 校正用試料の選定	1
3.3 操 作	2
3.3.1 準備操作	2
3.3.2 測 定	3
3.3.3 高さ校正	3
3.3.3.1 全テラス方式	3
3.3.3.2 三テラス方式	4
附属書 1 校正用試料の作製方法の例	5
附属書 2 校正用試料の製造元(参考)	6
附属書 3 参考文献	7
審議委員	8

序 文

わが国の半導体産業は、現代社会の基盤産業として重要性が益々大きくなっている。なかでも、シリコン関連技術は、超 LSI の高密度化、高集積化、高性能化の重要な基盤技術として、一層の技術向上を図る必要がある。

当協会では、近年注目をあびているシリコン表面の粗さ及び段差の測定法である A F M について、デバイスの集積化が一段と進み、ゲート酸化膜は 10 nm 以下となり、1 nm オーダの粗さ、段差の測定が必要となって来ており、今後大きい影響を持つと考えられることから「ウェーハ測定標準専門委員会」に「A F M 1 nm オーダ高さ測定法ワーキンググループ」を設け、校正法並びに測定法に関して 1 年余りにわたり調査を行ってきた。

半導体加工・集積技術の近年の進歩により、最終製品の歩留りがシリコンウェーハ表面のサブ nm 程度のマイクロラフネスに左右されるようになった。ゲート酸化膜厚は数 nm まで薄くなり、膜厚や段差計測の信頼性が問われている。原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy, AFM) は nm オーダの微細形状や寸法を高精度に計測できる可能性を有しているが、nm 領域の計測に適する校正用標準試料がないために、より大きな高さで校正した装置を用いて外挿することで、nm 及びサブ nm の計測を行ってきた。また、シリコンウェーハのマイクロラフネスの値がウェーハの仕様として商取引で扱われるようになってきている。

本規格では、シリコンウェーハに代表される固体表面における 1 nm オーダーのマイクロラフネスや段差の計測を A F M を用いて行う際に、シリコン (111) 面に観測される普遍性のある単原子ステップを標準として、高さ方向の校正方法を規定する。これにより異なる装置・異なる測定条件間のデータが正当に比較でき、ばらつきの低減が期待される。

本規格が各方面で広く利用され、わが国電子工業の発展のための一助となれば幸いである。

なお、本規格の制定にあたり、ご指導、ご協力いただいた関係官庁、関係会社、有識者及び委員各位に対し深く感謝の意を表する次第である。

平成 14 年 7 月

シリコン技術委員会
委員長 垂井康夫

電子情報技術産業協会規格

A F Mにおける 1nm オーダの高さ校正法

Height calibration in 1 nm order for AFM

1. **適用範囲** この規格は、A F Mによる固体表面の形状測定における、1 nm オーダの高さ校正法について規定する。

2. **用語の定義** この規格で用いる主な用語の定義は以下のとおりとする。

- (1) **A F M** 原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscopy)の略。
- (2) **コンタクトモード** 探針を試料表面に押し付け、探針が受ける斥力を一定に保って走査することにより像を得るモード。
- (3) **動的モード** カンチレバーを固有振動数近傍で振動させたとき、表面との間に作用する原子間力による振幅変化、あるいは周波数変化を検出し、これを一定に保ちながら走査することによって像を得るモード。A Cモード、ダイナミック・フォースモード、ダイナミックモード、タッピングモードとも呼ばれる場合がある。
- (4) **単原子ステップ** Si(111)表面上の、2原子層の高さからなるステップを単原子ステップと定義する。バルク中の(111)面の面間隔は0.31 nmと報告されている。(附属書3 参考文献(1))
- (5) **テラス** (4)項で定義したステップの間に存在する原子レベルで平坦な領域。
- (6) **校正用試料** 本規格では、表面が単原子ステップとテラスからなる構造を有するSi(111)試料。(附属書1, 2参照)
- (7) **ドリフト** 装置及び試料全体の系に対して、機械的、電気的、熱的な時間変化により観察結果におよぼされる歪み。
- (8) **X方向** 試料に対して探針を高速にライン走査を行う方向。
- (9) **Y方向** X方向と直角に、高速にライン走査する始点位置を少しずつ移動させる方向。
- (10) **Z方向** 探針が表面の法線方向に変位する方向。表面の凹凸の高さ方向。

3. 校正試料測定方法及び校正方法

3.1 **概要** 校正用試料をA F Mにより測定を行い、テラス部分を平坦化処理した後、ステップ高さを求める。測定した単原子ステップの高さを0.31 nmとして校正する。

3.2 **校正用試料の選定** 校正用試料は附属書1, 2に示す方法等により作製又は入手されたもので、次の要件を有すること。Si(111)面上にステップが一方向に均一に分布し、ステップにはさまれたテラス領域が平坦に形成されていること。本校正には、適当な範囲(例：0.5×0.5 ~ 2×2 μm²)中に4~5

JEITA EM-3505

本程度の単原子ステップがあり、できるだけ交差の少ないものが適している。

3.3 操作

3.3.1 準備操作 準備操作はコンタクトモード及び動的モードの場合、それぞれ以下の順序で行う。

(1) カンチレバー

(A) 動的モード

- (a) カンチレバーは、動的モード用として市販されているもので、共振周波数が高くなるべく高い(100 kHz 以上)ものを選択することが望ましい。材質は Si が望ましい。
- (b) カンチレバーを取り付け、光学系を調整する。
- (c) Q-curve を測定し、Q 値が十分高い値であることを確認する。通常は大気中でも 300 以上の Q 値が期待できる。このとき、広い周波数範囲で定格の共振周波数以外の部分に大きな共振点が存在しないこと、また共振点付近での周波数スイープを 2 回行い、共振点付近の波形に大きな乱れがないことを確認する。
- (d) Q-curve における共振点の 70 ~ 80% 程度の振幅を持つ Slope のところに加振周波数を設定し、Reference 電圧(測定中の振幅)は 50% 程度に設定を行う。加振周波数は、共振点の低周波あるいは高周波側いずれかに設定する。
- (e) 振動振幅(加振電圧)は、共振点で振幅が飽和しない程度に設定を行う。ただし、あまり振幅を大きくすると、カンチレバーの損傷が大きくなる。加振振幅は、「加振振幅 Q 値 × 加振ピエゾ感度 × 加振電圧」で見積ることができる。

(B) コンタクトモード

- (a) コンタクトモード用のうちバネ定数が 0.1 ~ 10 N/m 程度のもので、マルチチップ(像が複数にずれたように観察される)でないものを選ぶ。また先端形状により、像の鮮明さが変化するので、できるだけ生データで鮮明に観察されるものとする。材質は SiN 系が望ましい。
- (b) カンチレバーを取り付け、光学系を調整する。
- (c) 荷重は 10^{-8} ~ 10^{-9} N 程度に設定する。

(2) 試料

- (a) 試料全体が大きな傾きを持たないように、試料を試料台に保持する。カーボンペースト等を使用する場合は十分に乾燥させてから観察する。両面テープを使用する場合は固定後のドリフトが大きいものもあるので注意を要する。
- (b) 使用するスキャナーの X, Y, Z 軸ともに中心付近(伸び縮みゼロの状態)で走査できるように、測定箇所が試料台の中央部にくるように保持する。
- (c) 試料の取り付けは、ステップの方向が観察を一度行うまでわからないので、回転が容易に行えるマグネットホルダ等を使用することが望ましい。

(3) **装置設置条件** 温度変化，音響ノイズ，床振動の少ない場所で測定を行う。

参考として望ましい設置環境を以下に挙げる。

- (a) **温度**：15～28 及び温度変化ができるだけ小さいこと。
- (b) **湿度**：70%以下
- (c) **騒音レベル**：60dB 以下
- (d) **床振動**： $1 \times 10^{-3} \text{ m/s}^2$ (<100Hz)以下

3.3.2 **測定** 測定は動的モード及びコンタクトモードの場合，いずれも以下の順序で行う。

- (1) 画素数 256×256 (512×512)，走査速度は1～数 Hz，Zサーボ定数(フィードバックパラメータ)等の測定パラメータを，信号が発振しないように設定し，往復のプロファイルがなるべく一致するようにする。
- (2) ステップが観察できたら，ステップが観察視野のY軸(縦軸)に平行になるように，試料を回転して設置し直すか，スキャンローテーションを行う。
- (3) まず比較的広範囲($4 \times 4 \mu\text{m}^2$ 程度)を走査し，最適な測定場所を探す。
- (4) 最適な測定場所に移動し，走査範囲を狭めて(例： $0.5 \times 0.5 \sim 2 \times 2 \mu\text{m}^2$ 程度)測定領域中に単原子ステップが4～5本程度含まれるように測定範囲を設定する。
- (5) 測定視野中に「ゴミ」等の異物が観察された場合は，試料を移動させて，視野内に含まれないようにする。移動距離が少なければスキャナのオフセット機能を利用して観察視野を移動させて回避する。
- (6) 測定データを保存する。
- (7) 同一視野で数回の観察を継続し，ドリフト及びクリープの影響がないことを確認する。影響がみられる場合は，長時間連続動作をさせ系全体を安定にさせることが必要である。
- (8) 測定データに探針・試料間の帯電が影響していると判断される場合は，イオンシャワー等の除電措置をとる。
- (9) マルチチップ(像が複数にずれたように観察される)の影響なく観察できていることを確認する。マルチチップであると判断できる場合はカンチレバーを新しいものと交換する。

3.3.3 **高さ校正** 高さ校正は次の全テラス方式又は三テラス方式で行う。

3.3.3.1 全テラス方式

- (1) 像周辺の歪み部分のデータを除去する(自動的に歪み領域を除去されていない場合のみ)。
- (2) 処理を効率的にするため，全領域でY方向のドリフト補正をして表示する。
- (3) 適当なテラスを選び，テラス内でY方向に平坦化する。
- (4) (3)で選択したテラス内で，断面プロファイルで平坦化の程度を確認しX方向を水平化する。
- (5) 再度，(3)で選択したテラス内でY方向に平坦化する。
- (6) 全画素のZ値をヒストグラム化する。このとき，ピークはできるだけ鋭い状態がよい。

JEITA EM-3505

- (7) ヒストグラムの各ピーク間隔から面間隔を算出する。
- (8) 面間隔の平均値を，Si(111)の単原子ステップ高さ 0.31 nm とみなし，装置パラメータを変更する。もしくは，当該データの解析時の値を再考する。

3.3.3.2 三テラス方式

- (1) 像周辺の歪み部分のデータを除去する(自動的に歪み領域を除去されていない場合のみ)。
- (2) 処理を効率的にするため，全領域でY方向のドリフト補正をして表示する。
- (3) 適当なテラスを選び，テラス内でY方向に平坦化する。
- (4) (3)で選択したテラス内で，断面プロファイルで平坦化の程度を確認しX方向を水平化する。
- (5) 再度，(3)で選択したテラス内でY方向に平坦化する。
- (6) 3テラス分の範囲を取り出す(取り出さなくても良い)。
- (7) 全画素のZ値をヒストグラム化する。このとき，ピークはできるだけ鋭い状態がよい。
- (8) (3)で選択したテラスと隣り合う上下のテラスとの面間隔をそれぞれヒストグラムから算出し，両者の平均をとる。
- (9) 選択するテラスを変えて(3)～(8)を繰り返し，それぞれ面間隔を求める。
- (10) 面間隔の平均値を，Si(111)の単原子ステップ高さ 0.31 nm とみなし，装置パラメータを変更する。もしくは，当該データの解析時の値を再考する。

附属書 1 校正用試料の作製方法の例

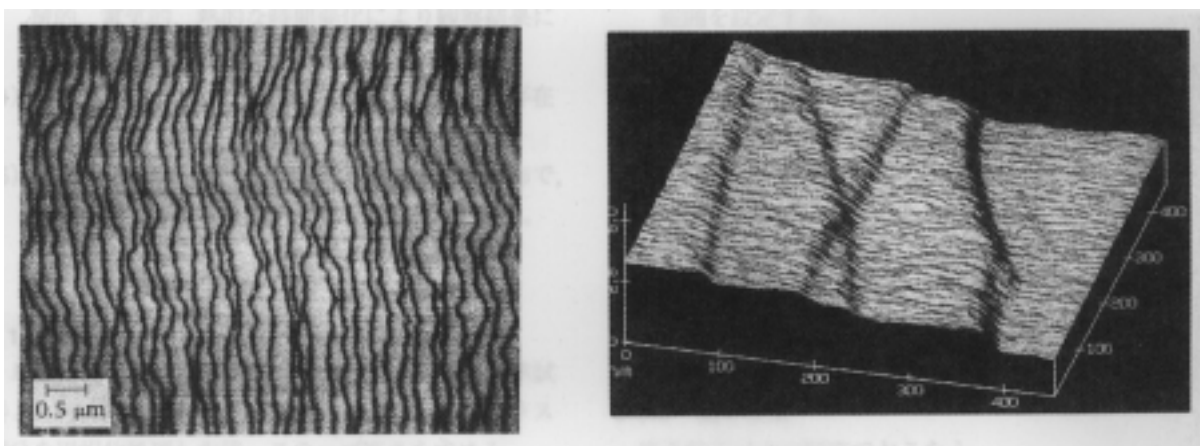
ステップ構造を有するシリコン表面は、シリコンを超高真空中で加熱することによって作製できる。表面構造は、シリコン表面の(111)面からのずれ(misorientation angle)により決定される。

本高さ校正には、 $0.5 \times 0.5 \sim 2 \times 2 \mu\text{m}^2$ の範囲中に4~5本程度の単原子ステップがあるものが適当と考えられるが、その作製方法には複数のパラメータの組み合わせがある。ここではそのうち1つを例示する。

- (1) [11-2]方向に微傾斜(できるだけフラット)したSi(111)ウェーハを用意して適当な大きさに切り出す。
- (2) アセトン洗浄(省略可)、硫酸過水処理後真空チャンバーに導入し、十分脱ガスする。
- (3) 超高真空雰囲気($< 6.5 \times 10^{-7}$ Pa)で、1100-1200 で10分程度保持する。
(加熱方法は、赤外線加熱、傍熱型、電子線加熱、直接通電加熱等から選択することができる。ただし、通電加熱法の場合は、温度及び通電方位に注意を要する。)
- (4) 室温まで急冷後、チャンバーを乾燥窒素で満たした状態で大気中に取り出す。
- (5) 大気中での保存は、常温低湿度に保つ。(乾燥デシケータ内等)

その他、エピタキシャル基板等で表面が単原子ステップとテラスにより構成されていれば、それを用いることもできる。

通電加熱法で作製したSi(111)表面を、超高真空中でREM(反射電子顕微鏡)観察した結果とAFMで観察した結果を示す。



附属書 1 附図 1
単原子ステップを有するシリコン
表面のREM像

附属書 1 附図 2
単原子ステップを有するシリコン
表面のAFM像($0.45 \times 0.45 \mu\text{m}^2$)

附属書 2 校正用試料の製造元（参考）

連絡先：

N T Tアドバンステクノロジー(株) 材料分析センタ

243-0124

神奈川県厚木市森の里若宮 3-1 N T T厚木研究開発センタ内

電話：046-250-3678

FAX：046-250-1678

製品番号：S-AFM-1

仕様：シリコン(111)面単原子ステップ

ステップ間隔 (a) 約 0.1 μm

(b) 約 1 μm

の 2 種から選択可能。

備考 上記は、市場で入手可能な製品の一例である。この情報は JEITA 規格使用者の便宜のために挙げたもので、JEITA が、この製品を推奨するものではない。

校正用試料の推薦保管方法

(1) **環境** 温度 15～28 ，湿度 60%以下が望ましい。校正用試料の取り扱いはできるだけクリーンルーム内で行うこと。

(2) **一般事項** 添付の保管用ケースに入れて保存する。

デシケータに不活性ガス(乾燥窒素等)が常時フローしているような環境では保管ケースは必ずしも必要ではない。

附属書3 参考文献

- (1) JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards)-International Centre For Diffraction Data, Card No. 27-1402.
- (2) UC 標準化委員会 装置部会, UC 標準規格, AFM における 1nm オーダの高さ校正法 (UC Standard One-Nanometer-Order Z-Axis Calibration of AFM), Ultra Clean Technology, 7, 43 (1995).
- (3) M. Suzuki, S. Aoyama, T. Futatsuki, A. J. Kelly, T. Osada, A. Nakano, Y. Sakakibara, Y. Suzuki, H. Takami, T. Takenobu, M. Yasutake, Standard Procedures for Calibrating Height Scales in Atomic Force Microscopy on the Order of 1nm, J. Vac. Sci. Technol. A 14, 1228 (1996); M. Suzuki, Y. Kudoh, Y. Homma, and R. Kaneko, Monoatomic Step Observation on Si(111) Surfaces by Force Microscopy in Air, Appl. Phys. Lett. 58, 2225 (1991).
- (4) V. W. Tsai, T. Vorburger, R. Dixon, J. Fu, R. Koning, R. Silver, and E. D. Williams, The Study of Silicon Stepped Surfaces as Atomic Force Microscope Calibration Standards with a Calibrated AFM at NIST, Proceedings of the International Conference on Characterization and metrology for ULSI Technology 1998, held at NIST; V. Tsai, X.-S. Wang, E. D. Williams, J. Schneir, and R. Dixon, Conformal Oxides on Si Surfaces, Appl. Phys. Lett. 71, 1495 (1997).

審議委員

< 情報処理標準化運営委員会 >

委員長 柴田 彰 (株)デンソーウェーブ

< シリコン技術委員会 >

委員長	垂井 康夫	東京農工大学
幹事	岡山 重夫	産業技術総合研究所
同	金山 敏彦	産業技術総合研究所
同	小山 浩	日本電子(株)
委員	井上 直久	大阪府立大学
同	宮崎 守正	三菱住友シリコン(株)
同	大橋 弘通	(株)東芝
同	福田 哲生	富士通(株)
同	松本 行雄	アクセントオプティカルテクノロジーズ(株)
同	今井 久也	旭化成マイクロシステム(株)
同	辻村 学	(株)荏原製作所
同	青島 孝明	エム・イー・エム・シー(株)
同	伊佐治 弘	キヤノン(株)
同	進藤 健一	黒田精工(株)
同	中井 康秀	(株)コベルコ科研
同	河野 光雄	コマツ電子金属(株)
同	竹中 卓夫	信越半導体(株)
同	島田 孝	ソニー(株)
同	藤野 誠二	(株)デンソー
同	宮下 守也	(株)東芝
同	松下 嘉明	東芝セラミックス(株)
同	吉瀬 正典	日本エーディーイー(株)
同	北野 友久	日本電気(株)
同	中嶋 定夫	(株)日立国際電気
同	河合 直行	(株)日立製作所
同	高崎 金剛	(株)富士通研究所
同	吉住 恵一	松下電器産業(株)
同	大石 博司	松下電器産業(株)
同	清水 保弘	三菱住友シリコン(株)
同	益子 洋治	三菱電機(株)
同	秋山 哲	(株)レイテックス
同	神保 丞	ワッカー・エヌエスシーイー(株)
事務局	中瀬 真	(社)電子情報技術産業協会
同	高梨 健一	(社)電子情報技術産業協会

<ウェーハ測定標準専門委員会>

委員長	宮崎 守 正	三菱住友シリコン(株) (2002年4月~)
同	榎井 積	信越半導体(株) (~2002年3月)
委員	井上 直 久	大阪府立大学
同	武縄 智 章	アクセントオプティカルテクノロジーズ(株)
同	青島 孝 明	エム・イー・エム・シー(株)
同	本間 則 秋	キヤノン(株)
同	住江 伸 吾	(株)コベルコ科研
同	松本 圭	コマツ電子金属(株)
同	榎井 積	信越半導体(株)
同	滝澤 律 夫	ソニー(株)
同	竹田 隆 二	東芝セラミックス(株)
同	菊池 浩 昌	日本電気(株)
同	斎藤 滋 晃	(株)日立製作所
同	金田 寛	(株)富士通研究所
同	米田 健 司	松下電器産業(株)
同	木村 泰 広	三菱電機(株)
同	碓 敦	ワッカー・エヌエスシーイー(株)
客員	小山 浩	日本電子(株)
同	河合 健 一	河合企画
事務局	高梨 健 一	(社)電子情報技術産業協会

JEITA EM-3505

< A F M 1nm オーダ高さ測定法ワーキンググループ > (2002年3月時点)

主査	鈴木峰晴	NTTアドバンステクノロジー(株)
幹事	権太聡	産業技術総合研究所
同	原田宙幸	三菱商事(株)
委員	伊東修一	オリンパス光学工業(株)
同	斎藤久之	信越半導体(株)
同	大田昌弘	(株)島津製作所
同	安武正敏	セイコーインスツルメンツ(株)
同	矢田幸蔵	(株)東陽テクニカ
同	岩槻正志	日本電子(株)
同	高島宗之	(株)日立製作所
同	柳瀬好生	三菱住友シリコン(株)
同	小泉光生	三菱住友シリコン(株)
客員	垂井康夫	東京農工大学
同	榎井積	信越半導体(株)
協力者	中本圭一	日本電子(株)
事務局	木暮英男	(社)電子情報技術産業協会

JEITA

Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

JEITA EM-3505

Height calibration in 1 nm order for AFM

Established in July, 2002

Prepared by
Silicon Technologies Committee

Published by
Japan Electronics and Information Technology Industries Association

11, Kanda-Surugadai 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-0062, Japan
Printed in Japan

Translation without guarantee in the event of any doubt arising, the original standard in Japanese is to be evidence.

JEITA standards are established independently to any existing patents on the products, materials or processes they cover.

JEITA assumes absolutely no responsibility toward parties applying these standards or toward patent owners.

© 2002 by the Japan Electronics and Information Technology Industries Association

All rights reserved. No part of this standards may be reproduced in any form or by any means without prior permission in writing from the publisher.

Contents

1. Scope	1
2. Definition of term	1
3. Measurement method of reference sample and calibration method	2
3.1 Outline	2
3.2 Selection of reference sample	2
3.3 Operation	2
3.3.1 Preparatory operation	2
3.3.2 Measurement	3
3.3.3 Height calibration	4
3.3.3.1 All-terrace technique	4
3.3.3.2 3-terrace technique	4
Annex 1 Example of production method of reference sample	5
Annex 2 Manufacturer of reference sample (reference)	6
Annex 3 Bibliography	7
Committee member	8

Foreword

The semiconductor industry of our country is increasing its importance as one of the fundamental industries of modern society. Especially, the silicon-related technology must be further improved, because it is the fundamental technology for higher density, higher integration, and higher performance of VLSI.

In recent years, attention has been paid to AFM, which can measure the roughness and level difference on the silicon surface. Devices have been more integrated, and the gate oxide film has become thinner than 10 nm (nanometer). As a result, it is necessary to measure the roughness and level difference in 1 nm order, with the increasing influence in the future. Under these circumstances, our Association established the Working Group for height calibration in 1 nm order for AFM within "Wafer Measurement Standard Technical Committee", and has surveyed the calibration method and the measurement method for the past one year.

The semiconductor manufacturing/integration technologies have made a rapid progress in recent years.

Accordingly, the yield of final product depends on the micro-roughness in sub-nm order of silicon wafer surface. The gate oxidation film is as thin as several nanometers, and the film thickness and level difference must be measured reliably. Although Atomic Force Microscopy (AFM) can measure accurately the shape and dimension of in nm order. However, we lack the calibration reference sample that is suitable for measurement in nm region, and we are forced to use the instrument that has been calibrated by using a larger height, apply extrapolation method, and take a measurement of nm and sub-nm order. Furthermore, the value of micro-roughness of silicon wafer is contained in the specifications of wafer for commercial transactions.

AFM is used for measurement of micro-roughness and level difference in 1 nm order on the surface of solid represented by silicon. In this case, a reference is a universal, monoatomic step, which is observed on (111) surface of silicon. This standard specifies the calibration method of height direction. Thus, this standard permits a reasonable comparison of data between different devices/different measurement conditions.

Reduction of dispersion of measurement is also anticipated.

I am pleased, if this standard is used widely in every field and can serve as an aid for development of electronics industries of our county.

Upon establishment of this standard, my grateful acknowledgement is expressed to the regulatory authorities, companies, specialists, and committee members concerned for their guidance and cooperation.

July, 2002

Silicon Technologies Committee
Chairman, Yasuo Tarui

Height calibration in 1 nm order for AFM

1 Scope

This standard specifies the height calibrating method in 1 nm order for shape measurement of surface of a solid by AFM.

2 Definition of term

The definitions of main terms used in this standard are as follows.

(1) AFM

The abbreviation for Atomic Force Microscopy.

(2) Contact mode

The mode in which an image is obtained by pressing a probe onto a sample surface, by keeping constant the repulsion forces received by a probe, and by scanning.

(3) Dynamic mode

The mode in which an image is obtained by detecting the change of amplitude or frequency due to the atomic force interacting with the surface when the cantilever is vibrated near the intrinsic frequency, by keeping it constant, and by scanning. This mode is called also AC mode, dynamic force mode, dynamic mode, and tapping mode.

(4) Monoatomic step

The step that consists of height of two atomic layers on Si (111) surface is defined as a monoatomic step. It is reported that the surface interval of (111) surface in a bulk is 0.31 nm.

(Annex 3 Bibliography (1))

(5) Terrace

An flat region in terms of atomic level that exists between the steps defined in Item (4).

(6) Sample for calibration

In this standard, Si (111) sample of such structure where the surface consists of a monoatomic step and a terrace. (see Annexes 1 and 2)

(7) Drift

Distortion of observation result of the entire system consisting of equipment and sample, which is caused by mechanical, electrical, and thermal fluctuation over time.

(8) X direction

The direction in which a line scan by a probe is performed at high speed against a sample.

(9) Y direction

The direction in which the position of high-speed line scan is shifted stepwise at a right angle to X direction.

(10) Z direction

The direction in which a probe is shifted in the direction of the normal to the surface. The height direction of surface irregularity.

JEITA EM-3505

3. Measurement method of reference sample and calibration method

3.1 Outline

Measure a reference sample by AFM, flatten the terrace, and obtain the step height. Calibrate the measured step height as 0.31 nm.

3.2 Selection of reference sample

The reference sample shall be produced or obtained by the method shown in Annexes 1 and 2, and meet the following requirements. Steps shall be distributed unilaterally and uniformly over Si (111) surface. The terrace between steps shall be flat. For this calibration, a suitable sample should have 4 to 5 monoatomic steps within the adequate range (for example: 0.5×0.5 to $2 \times 2 \mu\text{m}^2$), and have as few transpositions as possible.

3.3 Operation

3.3.1 Preparatory operation

Perform the preparatory operation for the contact mode and the dynamic mode as follows.

(1) Cantilever

(A) Dynamic mode

- (a) Select a cantilever that is exclusively dedicated for dynamic mode and commercially available. The resonant frequency should be as high as possible (higher than 100 kHz). The material should be Si.
- (b) Mount a cantilever and adjust an optical system.
- (c) Measure Q-curve and confirm that a Q value is sufficiently high. Usually, 300 or higher Q values are expected even in the atmospheric air. At this time, confirm the following matters. Any resonance points other than the rated resonant frequency shall not exist over a wide frequency. Any significant disturbance of waveform near the resonance point shall not exist after two frequency sweeps near the resonance point.
- (d) Set an excitation frequency at the place of slope where the amplitude is 70 to 80% of that of resonance point in Q-curve. Set the reference voltage (amplitude under measurement) at about 50%. Set the excitation frequency at either a low-frequency side or point or high-frequency side.
- (e) Set the vibration amplitude (the excitation voltage) such that the amplitude may not be saturated at the resonance point. However, if the amplitude is increased excessively, the cantilever will be more damaged. Excitation amplitude can be estimated by the following equation. "Excitation amplitude = Q-value \times excitation piezo sensitivity \times excitation voltage."

(B) Contact mode

- (a) Select one of cantilevers for contact modes, whose spring constant is 0.1 to 10 N/m, and which is not multichip (in which an image is observed to be shifted stepwise). Select one that can observe shape raw data, because the shape of tip can affect sharpness of images. Materials should be SiN system.
- (b) Mount the cantilever and adjust an optical system.
- (c) Set a load at 10^{-8} to 10^{-9} N.

(2) Sample

- (a) Place a sample on a sample stand so that the whole sample may not be much inclined. When carbon paste etc. is used, start a measurement after it becomes fully dry. When a double-sided tape is used, take care because some tapes cause much drift after they are fixed.
- (b) Place a sample so that its measurement part may come to the center of the sample stand and scanning may be performed near the center (where there are no expansion and no contraction) of X, Y and Z axes of scanner used.
- (c) Magnet holders etc. that can be rotated easily should be used to install a sample, because the step direction is not known until the initial observation is finished.

(3) Equipment installation conditions

Take a measurement where a temperature change, a sound noise, and mechanical vibration of floor are small.

The following installation environment is recommendable.

- (a) Temperature: 15 to 28 and a temperature change shall be as small possible.
- (b) Humidity: 70% or less
- (c) Noise level : 60 dB or less
- (d) Mechanical vibration of floor: Below $1 \times 10^{-3} \text{ m/s}^2$ (<100 Hz) or less

3.3.2 Measurement

Take a measurement in the following sequence for both cases of dynamic mode and contact mode.

- (1) Set the number of picture elements at 256×256 (512×512) and the scanning speed at one to several Hz. Set Z servo constant (feedback parameter) and other measurement parameters. Take care so that the signal may not be oscillated. The reciprocal profiles should be identical.
- (2) After a step has been observed, rotate and reinstall a sample, or perform scan rotation so that a step may become parallel to the Y axis (axis of ordinate) of an observation visual field.
- (3) Scan first a comparatively large area (about $4 \times 4 \mu\text{m}^2$), and look for the optimum measurement location.
- (4) Move to the optimum measurement location, and set a measuring range so that a scanning zone may be narrowed (for example, 0.5×0.5 to $2 \times 2 \mu\text{m}^2$) and 4 to 5 monoatomic steps may be contained in a measurement area.
- (5) If "dust" and foreign matters are found in a measurement visual field, move a sample so that foreign matters may not enter the visual field. When the moving distance is short, use the offset function of a scanner and move the observation visual field instead.
- (6) Store the measurement data.
- (7) Repeat several round of observation with the same visual field, and confirm that there is no influence of drift and/or creep. If any influence is found, it is necessary to perform a continuous operation for a long time, and to stabilize the whole system.
- (8) If it is judged that the electrostatic charge between a probe and a sample has affected measurement data, remove the charge using ion shower, etc.
- (9) Confirm that observation is free from influence of multichip (in which an image is observed to be shifted stepwise). If it is judged that observation is influenced by multichip, replace a cantilever by a new one.

JEITA EM-3505

3.3.3 Height calibration

Height calibration shall be performed by either all-terrace technique or 3-terrace technique.

3.3.3.1 All-terrace technique

- (1) Remove the data of the distorted part near an image (only when the distorted part is not automatically removed).
- (2) In order to make processing efficient, make a correction of drift in Y direction in all areas and display.
- (3) Choose an adequate terrace and flatten in Y direction within a terrace.
- (4) In the terrace chosen by (3), confirm the degree of flattening by the cross-sectional profile, and level off X direction.
- (5) Again, flatten in Y direction within the terrace chosen by (3).
- (6) Draw a histogram of Z values of all picture elements. At this time, the sharper the peak is, the better.
- (7) Calculate the surface interval from the each peak interval of the histogram.
- (8) Assume that the average value of surface interval is Si (111) monoatomic step height of 0.31 nm.
Change parameters of the equipment. Alternatively, reconsider the analyzed values of the corresponding data.

3.3.3.2 3-terrace technique

- (1) Remove the data of the distorted part near an image (only when the distorted part is not automatically removed).
- (2) In order to make processing efficient, make a correction of drift in Y direction in all areas and display.
- (3) Choose an adequate terrace and flatten in Y direction within a terrace.
- (4) In the terrace chosen by (3), confirm the degree of flattening by the cross-sectional profile, and level off X direction.
- (5) Again, flatten in Y direction within the terrace chosen by (3).
- (6) Take out a range of 3 terraces. (This step may be skipped.)
- (7) Draw a histogram of Z values of all picture elements. At this time, the sharper the peak is, the better.
- (8) Calculate the surface interval between the terrace chosen by (3) and the adjacent upper and lower terraces, respectively, from the histogram. Obtain the average of both.
- (9) Select different terraces, and repeat steps (3) to (8), and obtain a surface interval, respectively.
- (10) Assume that the average value of surface interval is Si (111) monoatomic step height of 0.31 nm.
Change parameters of the equipment. Alternatively, reconsider the analyzed values of the corresponding data.

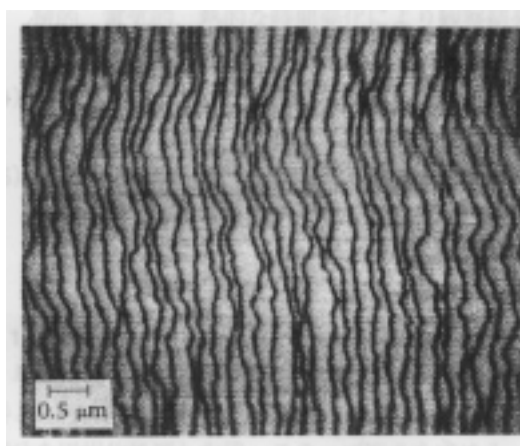
Annex 1 Example of production method of reference sample

The silicon surface that has a step structure can be produced by heating silicon in a ultra high vacuum. The surface structure is determined by the gap(misorientation angle) from the (111) surface of the silicon surface. This height calibration method specifies that a suitable sample should have 4 to 5 monoatomic steps within the of 0.5×0.5 to $2 \times 2 \mu\text{m}^2$). However, the production method has combinations of plural parameters. One of them is illustrated as follows.

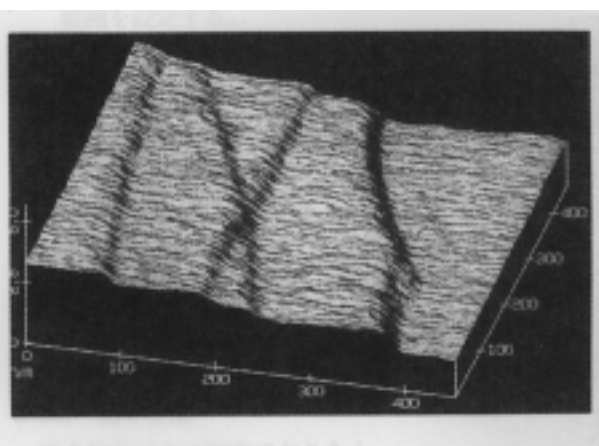
- (1) Prepare Si (111) wafer that is slightly inclined (as flat as possible) in the [11-2] direction, and cut it in a suitable size.
- (2) Wash it with acetone (this step may be skipped). Process it with sulfonated water, place it in a vacuum chamber, and outgas it fully.
- (3) Keep it in ultrahigh vacuum ($< 6.5 \times 10^{-7}$ Pa) at 1100 to 1200 for about 10 minutes.
(A heating method may be selected from among infrared heating, thermal heating, electron beam heating, direct current heating, etc. In case of heating by direct passage of electric current, pay attention to the temperature and dc current direction.)
- (4) Quench it rapidly down to the room temperature, fill the chamber with dry nitrogen gas and take it out to the atmospheric air.
- (5) When it is stored in the atmospheric air, keep it at the room temperature and low humidity.
(inside of a drying desiccator etc.)

In addition, if the surface consists of the monoatomic step and the terrace, as is the case of an epitaxial substrate, it can be used.

The Si (111) surface produced by the direct passage of electric current was observed in ultrahigh vacuum with REM (Reflection Electron Microscope).and AFM. The results are as follows.



Annex 1 Fig. 1
REM image of silicon surface
which has monoatomic steps



Annex 1 Fig. 2
AFM image of silicon surface
which has monoatomic steps ($0.45 \times 0.45 \mu\text{m}^2$)

Annex 2 Manufacturer of reference sample (reference)

Contact

NTT Advanced Technology Corporation
Center for Materials Analysis Technology
3-1, Morinosato-Wakamiya, Atsugi-shi, Kanagawa-ken, 243-0124, Japan

Tel : 046-250-3678

Fax: 046-250-1678

Part number: S-AFM-1

Specification: Si (111) monoatomic step

Step intervals (a) About 0.1 μ m

 (b) About 1 μ m

Either interval can be selected.

Note The above is an example of the product which can come to hand in a market. This information is what was mentioned for a JEITA standard user's facilities, and dose not recommended this product.

Recommended storage method for reference sample

(1) Environment

The temperature of 15 to 28 and the humidity of 60% or less are recommended. Handle a reference sample in a clean room as much as possible.

(2) General matters

Store a sample in the accompanying storage box.

In the environment where inactive gas (dry nitrogen etc.) always flows in a desiccator, the storage box is not necessarily required.

Annex 3 Bibliography

- (1) JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) - International Centre For Diffraction Data, Card No. 27-1402.
- (2) UC Standardization Committee Device Division, UC Standard One-Nanometer-Order Z-Axis Calibration of AFM, Ultra Clean Technology, 7, and 43 (1995)
- (3) M. Suzuki, S. Aoyama, T. Futatsuki, A. J. Kelly, T. Osada, A. Nakano, Y. Sakakibara, Y. Suzuki, H. Takami, T. Takenobu, M. Yasutake, Standard Procedures for Calibrating Height Scales in Atomic Force Microscopy on the Order of 1 nm, J. Vac. Sci. Technol. A 14, 1228 (1996); M. Suzuki, Y. Kudoh, Y. Homma, and R. Kaneko, Monoatomic Step Observation on Si (111) Surfaces by Force Microscopy in Air, Appl. Phys. Lett. 58, 2225 (1991).
- (4) V. W. Tsai, T. Vorbürger, R. Dixon, J. Fu, R. Koning, R. Silver, and E. D. Williams, The Study of Silicon - Stepped Surfaces as Atomic Force Microscope Calibration Standards with a Calibrated AFM at NIST, Proceedings of the International Conference on Characterization and Metrology for ULSI Technology 1998, held at NIST; V. Tsai, X.S. Wang, E.D. Williams, J. Schneir, and R. Dixon, Conformal Oxides on Si Surfaces, Appl. Phys. Lett. 71, 1495 (1997).

Managing Committee on Information Technology Standardization

Chairman Akira Shibata DENSO WAVE INCORPORATED

Member of Silicon Technologies Committee

Chairman	Yasuo Tarui	Tokyo University of Agriculture and Technology
Co-Chairman	Shigeo Okayama	National Institute of Advanced Industrial Science and Technology
Co-Chairman	Toshihiko Kanayama	National Institute of Advanced Industrial Science and Technology
Co-Chairman	Hiroshi Koyama	JEOL Ltd.
Member	Naohisa Inoue	Osaka Prefecture University
Member	Morimasa Miyazaki	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Member	Hiromichi Ohashi	Toshiba Corp.
Member	Tetsuo Fukuda	FUJITSU LIMITED
Member	Yukio Matsumoto	Accent Optical Technologies Co.,Ltd.
Member	Hisaya Imai	Asahi Kasei Microsystems Co., Ltd.
Member	Manabu Tsujimura	Ebara Corporation
Member	Takaaki Aoshima	MEMC Japan Ltd.
Member	Hiroshi Isaji	Canon Inc.
Member	Kenichi Shindo	KURODA Precision Industries Ltd.
Member	Yasuhide Nakai	Kobelco Research Institute, Inc.
Member	Mitsuo kohno	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Takao Takenaka	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Takashi Shimada	Sony Corp.
Member	Seiji Fujino	DENSO CORPORATION
Member	Moriya Miyashita	Toshiba Corp.
Member	Yoshiaki Matsushita	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Masanori Yoshise	JAPAN ADE LTD.
Member	Tomohisa Kitano	NEC Corp.
Member	Sadao Nakajima	Hitachi Kokusai Electric Inc.
Member	Naoyuki Kawai	Hitachi, Ltd.
Member	Kanetake Takasaki	Fujitsu Laboratories Ltd.
Member	Keiichi Yoshizumi	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Hiroshi Ohishi	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Yasuhiro Shimizu	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Member	Yoji Mashiko	Mitsubishi Electric Corp.
Member	Satoshi Akiyama	RAYTEX Corporation
Member	Susumu Jinbo	Wacker NSCE Corp.
Secretariat	Makoto Nakase	Japan Electronics and Information Technology Industries Association
Secretariat	Kenichi Takanashi	Japan Electronics and Information Technology Industries Association

Member of Wafer Measurement Standard Technical Committee

Chairman	Morimasa Miyazaki	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION (2002.4 ~)
Chairman	Tsumoru Masui	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd. (~ 2002.3)
Member	Naohisa Inoue	Osaka Prefecture University
Member	Tomoaki Takenawa	Accent Optical Technologies Co.,Ltd.
Member	Takaaki Aoshima	MEMC Japan Ltd.
Member	Noriaki Homma	Canon Inc.
Member	Shingo Sumie	Kobelco Research Institute, Inc.
Member	Kei Matsumoto	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Tsumoru Masui	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Ritsuo Takizawa	Sony Corp.
Member	Ryuji Takeda	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Hiromasa Kikuchi	NEC Corp.
Member	Shigeaki Saito	Hitachi, Ltd.
Member	Hiroshi Kaneta	Fujitsu Laboratories Ltd.
Member	Kenji Yoneda	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Yasuhiro Kimura	Mitsubishi Electric Corp.
Member	Atsushi Ikari	Wacker NSCE Corp.
Guest Member	Kenichi Kawai	Kawai Standard Consulting
Guest Member	Hiroshi Koyama	JEOL Ltd.
Secretariat	Kenichi Takanashi	Japan Electronics and Information Technology Industries Association

JEITA EM-3505

Member of Working Group for height calibration in 1 nm order for AFM (2002.3)

Chairman	Mineharu Suzuki	NTT Advanced Technology Corporation
Co-Chairman	Satoshi Gonta	National Institute of Advanced Industrial Science and Technology
Co-Chairman	Harada Hiroyuki	Mitsubishi Corporation
Member	Syuuichi Ito	OLYMPUS OPTICAL CO., LTD
Member	Hisayuki Saito	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Masahiro Ohta	SHIMADZU CORPORATION
Member	Masatoshi Yasutake	Seiko Instruments Inc.
Member	Kouzo Yada	TOYO Corporation
Member	Masashi Iwatsuki	JEOL Ltd.
Member	Munehiko Takashima	Hitachi, Ltd.
Member	Yoshio Yanase	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Member	Mitsuo Koizumi	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Guest Member	Yasuo Tarui	Tokyo University of Agriculture and Technology
Guest Member	Tsumoru Masui	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Secretariat	Hideo Kogure	Japan Electronics and Information Technology Industries Association

(社) 電子情報技術産業協会が発行している規格類は、工業所有権（特許、
実用新案など）に関する抵触の有無に関係なく制定されています。

(社) 電子情報技術産業協会は、この規格類の内容に関する工業所有権に対
して、一切の責任を負いません。

J E I T A E M - 3 5 0 5

2 0 0 2 年 7 月 発 行

発 行 (社) 電子情報技術産業協会 標準・技術部
〒 101-0062 東京都千代田区神田駿河台 3-11
TEL 03-3518-6434 FAX 03-3295-8727

印 刷 (株) オガタ印刷
〒 102-0072 東京都千代田区飯田橋 1-5-6
TEL 03-3264-3456

禁 無 断 転 載

〔 この規格類の全部又は一部を転載しようとする場合
は、発行者の許可を得て下さい。 〕