

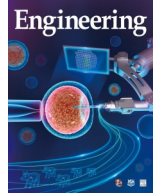


ELSEVIER

Contents lists available at ScienceDirect

Engineering

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/eng](http://www.elsevier.com/locate/eng)



Research  
Micro and Nano Manipulation and Characterization—Article

## 基于磁驱动正交悬臂探针的三维原子力显微镜技术开发

张号<sup>#</sup>, 耿俊媛<sup>#</sup>, 高海波, 荣伟彬, 谢晖<sup>\*</sup>

The State Key Laboratory of Robotics and Systems, Harbin Institute of Technology, Harbin 150080, China

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 29 November 2021

Revised 17 January 2022

Accepted 5 June 2022

Available online 21 July 2022

#### 关键词

三维原子力显微镜

磁驱动正交悬臂探针

关键尺寸

360°表征

三维形貌重建

### 摘要

本文介绍了一种基于磁驱动正交悬臂探针(magnetically driven-orthogonal cantilever probes, MD-OCP)的三维原子力显微镜(three-dimensional atomic force microscopy, 3D-AFM)表征方法,该方法采用两个独立的三自由度纳米扫描器,能够实现探针沿可控矢量角度跟踪扫描样品表面。该3D-AFM系统还配备了高精度旋转台,可实现360°全向成像。定制的MD-OCP包含水平悬臂、垂直悬臂和磁珠三部分,其中磁珠可在磁场中机械驱动OCP实现激振。垂直悬臂具有一个突出的针尖,可检测深槽和具有悬垂/凹边特征的结构。本文首先对MD-OCP的设计、仿真、制造过程和性能分析结果进行了描述;然后,详细介绍了探针振幅补偿和360°旋转原点定位的方法。接着,使用标准AFM阶梯光栅进行对比实验,并结合三维形貌重建方法完成了图像整合,验证了所提出方法面向陡峭侧壁和拐角处细节的表征能力。通过对具有微梳结构的微机电系统(MEMS)器件进行3D表征,进一步证实了所提出的基于MD-OCP的3D-AFM技术的有效性。最后,该技术被用于确定微阵列芯片的关键尺寸(critical dimensions, CD)。实验结果表明,所提出的方法可以高精度地获取三维结构的CD信息,相比难以获得侧壁信息的二维技术,该方法在3D微纳制造检测领域具有更好的潜力。

© 2022 THE AUTHORS. Published by Elsevier LTD on behalf of Chinese Academy of Engineering and Higher Education Press Limited Company. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

## 1. 引言

自集成电路发展以来,微纳电子器件被广泛应用于超材料[1]、航空航天[2–3]、医疗保健[4–5]、环境能源[6–7]、生物技术[8–9]等诸多领域。由于具有高信息容量,三维(three-dimensional, 3D)结构式的微器件已得到深入探究。这些3D器件的关键尺寸(critical dimensions, CD),如线边缘粗糙度(line edge roughness, LER)、线宽(line width, LW)、LW粗糙度(LWR)、侧壁粗糙度(sidewall roughness, SWR)和侧壁角度等,直接影响器件的电学和

力学性能[10–11]。因此,需要高精度的3D结构检测技术来有效保证超精密加工的质量。

有几种技术可用于进行三维测量,如共焦显微镜[12]和光学干涉测量[13]。它们都是基于光学机制的非接触式测量形式,具有快速无损的测量特点,因此得到了广泛的应用。但是受到衍射现象的限制,这类测量技术的横向分辨率只能达到亚微米级别,且无法从所获得的图像中提取更多的三维形貌细节。扫描电子显微镜(scanning electron microscopy, SEM)[14–15]和透射电子显微镜[16]分辨率高,成像速度快,但这两种方法只能检测导电样品,并

\* Corresponding author.

E-mail address: [xiehui@hit.edu.cn](mailto:xiehui@hit.edu.cn) (H. Xie).

<sup>#</sup> These authors contributed equally to this work.

且需要真空测量环境。此外，繁琐的样品制备过程容易导致材料改性，且难以从二维（two-dimensional, 2D）结果的灰度值中获取准确的高度信息。原子力显微镜（atomic force microscopy, AFM）对工作环境、样品制备、待检材料等没有特殊要求，是3D检测的强大工具。AFM具有出色的亚纳米级测量分辨率，可以实现快速成像和灵活的探针修饰[17–19]。最重要的是，AFM利用力反馈原理成像，是一种真正的3D成像方法。

迄今为止，针对3D-AFM成像技术进行了各种改进的研究，如系统装置、探针结构、扫描算法等。1994年，Martin等[20]提出了一种基于裙摆探针的2D控制策略：该技术将一个低频水平振动信号附加到垂直振动中，用以调制探针振动振幅，从而实现对侧壁斜率的预测和自适应测量。2006年，Murayama团队[21]将多角度扫描方法与CD-AFM相结合，静态驱动探针以不同角度接近侧壁，消除了摩擦力或侧向力对测量的影响。同年，他们使用倾斜探头实现了无摩擦的倾斜步进模式操作[22]。2015年，Xie等[23]报道了一种由双光纤探针构建的AFM卡尺，该卡尺可以在无需样品旋转的情况下连续扫描相邻或相反的侧壁。虽然3D-AFM成像技术已经经历了几十年的发展，但仍然存在着一些局限性，包括复杂的操作[23–24]、针尖磨损[25–26]、针尖几何卷积效应[27]等。

本文提出了一种新颖的基于磁驱动正交悬臂探针（magnetically driven-orthogonal cantilever probes, MD-OCP）的3D-AFM成像方法。MD-OCP由水平悬臂、垂直悬臂和磁珠组成，其中具有突出针尖的延伸式垂直悬臂梁可用于检测深度为 $h$ 的凹槽和具有 $\alpha$ 倾斜角的大悬垂结构。与裙摆探针相比，MD-OCP具有成像分辨率高、针尖几何卷积误差小等优点。较大的侧向针尖刚度有助于避免针尖脆性断裂。所提出的方法不需要倾斜调制模式中复杂的旋转坐标转换，并且MD-OCP可以被轻松集成到商业系统中。该方法可以进行 $360^\circ$ 全方位3D成像，这得益于集成在AFM系统中的沿 $z$ 轴旋转的样品台及可用于3D形貌重建的3D图像重建技术。通过磁力矩作用直接驱动MD-OCP在其一阶弯曲谐振频率下工作，能够实现低迟滞、高成像分辨率、低驱动质量和快速扫描速度下的测量[28–29]。此外，磁驱动探针克服了传统压电驱动方法[30–31]的局限性，使其更适用于液体样品的表征和复杂结构探针的驱动，从而具有良好的可扩展性。两个独立的扫描器相互配合完成倾斜矢量补偿，其中矢量角 $\beta$ 可控（ $0^\circ\sim 90^\circ$ ）。所提出的方法是3D-AFM技术领域的重要补充，并在3D微纳制造检测方面具有强大的潜力。

本文的组织结构如下：第2节介绍了系统配置、MD-OCP，以及性能测量与分析，包括MD-OCP的性能校准和振幅补偿，以及 $360^\circ$ 旋转原点定位方法；第3节描述了实验结果和讨论；第4节给出了结论。

## 2. 实验

### 2.1. 系统配置

图1展示了所提出的包含MD-OCP的3D-AFM的系统示意图。两个纳米定位扫描器用于样品和探针的亚纳米定位（扫描器I：PDQ375HS；扫描器II：HS3, Mad City Labs, Inc., USA）。固定在扫描器I上的可旋转平台（rotatable stage, RT; ECR3030, Attocube Inc., Germany）与光学显微镜相结合，可实现样品的旋转和粗定位。由振荡器（oscillator, Osc）向安装在样品台上的线圈提供正弦驱动电压 $U_m$ ，在空间中产生沿垂直方向分布的电磁场。从而使附着在探针上的磁珠受到扭矩： $\tau = \mathbf{m} \times \mathbf{B}$ （ $\mathbf{m}$ 为磁珠的磁矩， $\mathbf{B}$ 为磁通密度），使探针以其一阶弯曲谐振频率进行机械振荡[31–32]。与三角波信号相比，正弦电压驱动可以有效降低三角波拐角处由突变引起的机械振动，从而提高扫描速度[33–34]。通过由激光器和位置敏感探测器（position-sensitive detector, PSD）构成的光杠杆检测悬臂梁变形，其中包括检测探针的弯曲（ $U_n$ ）和扭转（ $U_t$ ）变形。探针的反馈信号通过带有Osc和锁相放大器（lock-in amplifier, LIA）的专用AFM探针-动态控制器（Dual-OC4, Nanonis GmbH, Germany）进行处理。在扫描过程中，探针在 $yz$ 平面内根据可控矢量角（ $\beta$ ）矢量跟踪运动的样品表面。实验中，探针的机械振幅和频率分别设置为50 nm（自由振荡振幅的70%）和47.574 kHz。

### 2.2. 磁驱动正交悬臂探针

#### 2.2.1. 设计与分析

图2给出了所提出的MD-OCP的设计方案，MD-OCP由水平悬臂梁、具有前突针尖的垂直悬臂梁和一个磁珠（由铁磁性材料制成）组成。粘结在水平悬臂梁和垂直悬臂梁连接处的磁珠沿水平悬臂梁的纵轴方向磁化。水平悬臂梁和垂直悬臂梁正交分布，进一步扩大了垂直方向上的可探测范围。前突的针尖不仅便于在俯视图被观察到，而且还具有扫描悬垂结构的能力。MD-OCP与样品间的相互作用体现在水平悬臂梁的偏转或扭转变形中。

根据欧拉-伯努利梁理论，当水平悬臂梁和垂直悬臂

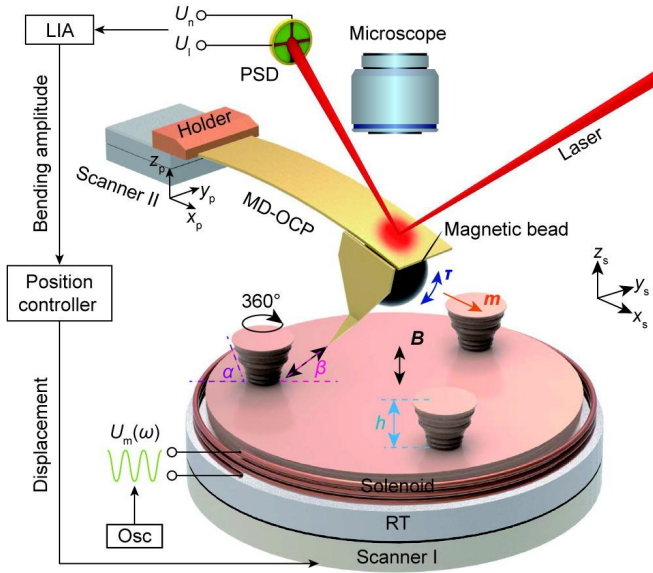


图1. 具有MD-OCP的3D-AFM系统原理示意图。LIA: 锁相放大器; Osc: 振荡器; RT: 可旋转平台; PSD: 位置敏感探测器;  $\tau$ : 扭矩;  $m$ : 磁珠的磁矩;  $B$ : 磁通密度;  $U_n, U_t$ : 分别为待检测探针的弯曲变形和扭转变形;  $U_m(\omega)$ : 线圈的驱动信号,  $\omega$ 为驱动信号的谐振频率。

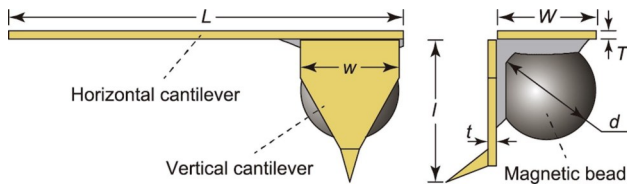


图2. MD-OCP的结构示意图。 $L, W, T$ 分别为水平悬臂梁的长度、宽度、厚度;  $l, w, t$ 分别为垂直悬臂梁的长度、宽度、厚度;  $d$ : 磁珠的直径。

梁的材料相同(杨氏模量:  $E$ ; 泊松比:  $\nu$ )时, MD-OCP的弯曲刚度( $k_b$ )和扭转刚度( $k_t$ )可分别用式(1)和式(2)[35]表示:

$$k_b = \frac{EWT^3}{4L^3} \quad (1)$$

$$k_t = \frac{EWT^3}{4l^3 + 6Ll^2(1+\nu)}, \quad (W=w, T=t) \quad (2)$$

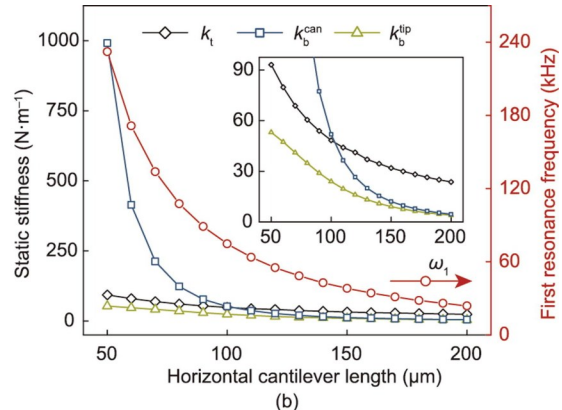
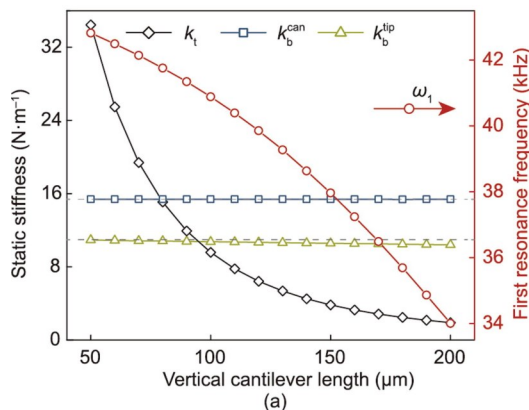


图3. MD-OCP的刚度及其一阶固有频率随垂直悬臂梁长度(a)和水平悬臂梁长度(b)的变化曲线。

式中,  $L, W$ 和 $T$ 分别为水平悬臂梁的长度、宽度和厚度;  $l, w$ 和 $t$ 分别为垂直悬臂梁的长度、宽度和厚度(图2)。

由式(1)和式(2)可知, 悬臂梁的长度和厚度主导MD-OCP的刚度。然而, 考虑悬臂梁的厚度和宽度可调性较差, 悬臂梁的长度成为影响MD-OCP性能的主要因素。图3展示了MD-OCP的刚度( $k_t$ 和 $k_b$ )和一阶弯曲谐振频率随 $L$ 或 $l$ 变化的有限元分析(finite element analysis, FEA)结果, 其中 $W=w=35\ \mu\text{m}$ ,  $T=t=3\ \mu\text{m}$ 。 $k_b^{\text{can}}$ 和 $k_b^{\text{tip}}$ 分别为水平悬臂梁自由端和针尖处的弯曲刚度。它们之间的差异主要来源于探针针尖的变形, 该变形应尽可能小, 以保证测量结果与实际一致。如图3(a)所示, 当 $L=140\ \mu\text{m}$ 时, 随着 $l$ 从 $50\ \mu\text{m}$ 增加到 $200\ \mu\text{m}$ ,  $k_t$ 和 $\omega_1$ 逐渐减小, 而 $k_b^{\text{can}}$ 基本不变。 $k_b^{\text{tip}}$ 的小幅下降是由垂直悬臂梁的偏转引起的。为保证探针具有良好的动态特性,  $k_t$ 和 $\omega_1$ 应尽可能大, 也就是说,  $l$ 应尽可能小。因此, 考虑实验的可行性, 将 $l$ 设置为 $50\ \mu\text{m}$ 。从图3(b)可以看出, 当 $l=50\ \mu\text{m}$ 时, 随着 $L$ 从 $50\ \mu\text{m}$ 增加到 $200\ \mu\text{m}$ ,  $k_t$ 、 $\omega_1$ 及 $k_b^{\text{can}}$ 和 $k_b^{\text{tip}}$ 之间的差值均减小。为了确保 $k_t$ 足够大并且 $k_b^{\text{tip}}$ 足够小, 将 $L$ 设置为 $140\ \mu\text{m}$ [参见图3(b)的插图]。此时, 由仿真结果得到的MD-OCP的参数为:  $k_b^{\text{can}}=15.37\ \text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ 、 $k_b^{\text{tip}}=10.93\ \text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ 、 $k_t=34.46\ \text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ 、 $\omega_1=42.86\ \text{kHz}$ 。图4给出了MD-OCP高阶模态的仿真结果:  $\omega_2=185.77\ \text{kHz}$ 、 $\omega_3=338.99\ \text{kHz}$ 、 $\omega_4=775.10\ \text{kHz}$ 。从中可以看出, 探针的第一、三节模态为弯曲模态, 第二、四节模态为扭转模态。

### 2.2.2. 制备

首先, 利用聚焦离子束(focused ion beam, FIB)技术(FIB/SEM dual beam system, Helios NanoLab 600i, FEI Company, USA)对两款商用探针(HQ: NSC18/Al-BS, MikroMasch, USA; ATEC-FM, Nanosensors, Switzerland)进行铣削加工, 以分别制备MD-OCP的水平悬臂梁和具

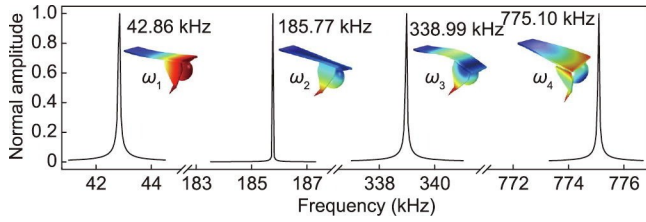


图4. MD-OCP的有限元仿真结果。

有突出针尖的垂直悬臂梁。然后，使用环氧树脂结构胶（A-05HP, Angeluo, China）将直径与水平悬臂宽度相近的铁磁珠粘接在水平悬臂的自由端。最后，将垂直悬臂梁和水平悬臂梁按照设计进行组装和胶合。详细的设备和装配过程在之前的研究[35–36]中已经给出。图5展示了所制备的MD-OCP的SEM图像，其中标记了探针的关键几何参数。

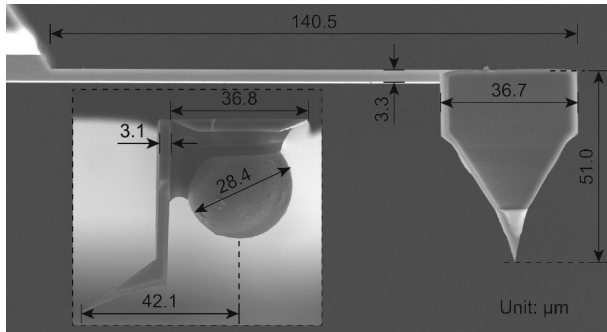
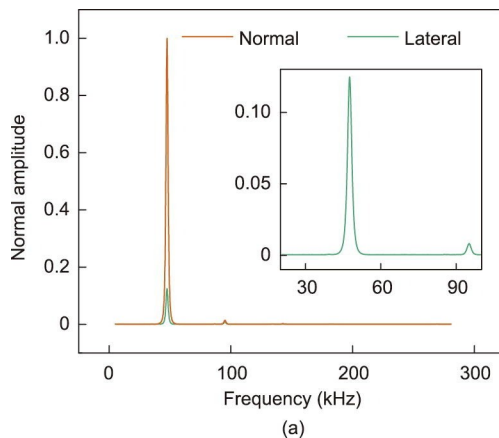


图5. MD-OCP的SEM图——俯视图和侧视图（插图）。

探针的批量制备涉及两种主要途径：①正交悬臂梁通过3D打印技术制备，而针尖和磁珠的制备依赖于微操作技术；②悬臂梁和针尖通过化学腐蚀和生长的方法制备，并手动组装磁珠。因此，所设计探针的制备过程类似于悬臂梁式微管探针的制备过程，需要人工和机械完整结合。详细过程的完善需要专业人士的进一步研究。



## 2.3. 性能测量与分析

### 2.3.1. MD-OCP的性能校准

采用参考探针法[35,37]对MD-OCP的弯曲刚度 ( $k_b^{\text{can}}$ ) 进行标定，使用一根刚度已知 ( $k_r = 2.7 \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$ ) 的商用探针（PPP-FMR, Nanosensors, Switzerland）作为标准参考探针。首先，通过上升样品台，在一个硬表面测量参考探针的偏转灵敏度 ( $S_{\text{hard}} = 5.02 \text{ V}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ )。然后，在MD-OCP水平悬臂梁的前端再次测量 ( $S_{\text{cal}} = 4.34 \text{ V}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ )。因此， $k_b^{\text{can}}$  被确定为  $17.23 \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$  [ $k_b^{\text{can}} = k_r S_{\text{cal}} / (S_{\text{hard}} - S_{\text{cal}})$ ]。通过振动控制器（OC4）采集了MD-OCP的动态振动频谱，如图6所示，结果显示MD-OCP的前四阶固有谐振频率分别为47.574 kHz、190.268 kHz、465.109 kHz和741.538 kHz。

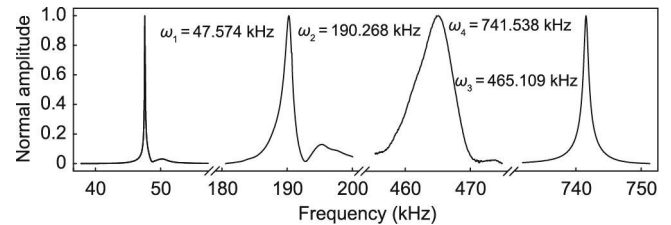


图6. MD-OCP的动态振动频谱。

实验中使用了MD-OCP的一阶谐振频率 ( $\omega_1$ )，该频率下的激振可能会引起来自高阶模态的串扰。图7给出了在  $\omega_1$  频率的机械激励下，MD-OCP不同频率的振幅响应。从图7 (a) 中的实验结果和图7 (b) 中的仿真结果可以得出如下结论：探针的高阶振幅响应很低，不足以引起串扰。此外，可以看出MD-OCP在该工作频率 ( $\omega_1$ ) 下存在扭转振动，意味着MD-OCP实际上是在倾斜方向上振动的。这是由其自身结构特点引起的。

### 2.3.2. MD-OCP在y轴方向的振幅补偿

如图1所示，在3D成像过程中，扫描器I (x轴和y

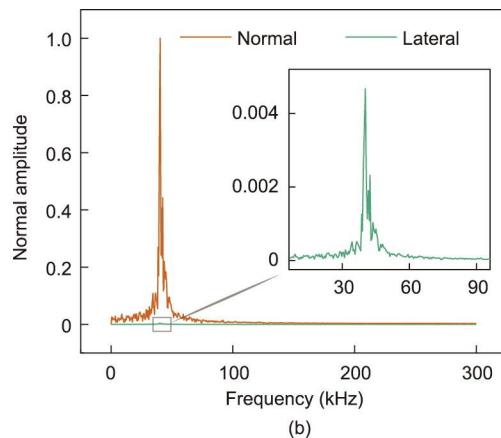


图7. 一阶谐振频率激励下MD-OCP不同频率的振幅响应。(a) 实验结果图；(b) 有限元仿真结果图。

轴)在 $xy$ 平面内负责光栅扫描,扫描器II的 $y$ 轴和扫描器I的 $z$ 轴配合实现在 $yz$ 平面内的倾斜补偿。MD-OCP沿 $y$ 轴的运动会导致其与激光光斑的相对位置发生改变,这会引引起探针振幅的变化。如图8所示,当MD-OCP沿 $y$ 轴偏移 $5\mu\text{m}$ 时,PSD输出电压的幅值下降了 $2.2\%\sim 5.8\%$ (红虚线)。因此,MD-OCP的振幅补偿是必要的,可以按下式计算:

$$A_{\text{com}} = (U_n^{\text{zero}}/U_n)A_{\text{uncom}} \quad (3)$$

式中, $A_{\text{uncom}}$ 和 $A_{\text{com}}$ 分别为补偿前后的幅值; $U_n$ 为MD-OCP沿 $y$ 轴移动时PSD的法向输出电压; $U_n^{\text{zero}}$ 为零点(初始位置)的值。结果表明,经过补偿后,探针激光光斑相对运动引起的振幅变化可以忽略不计,如图8中黑实线所示。

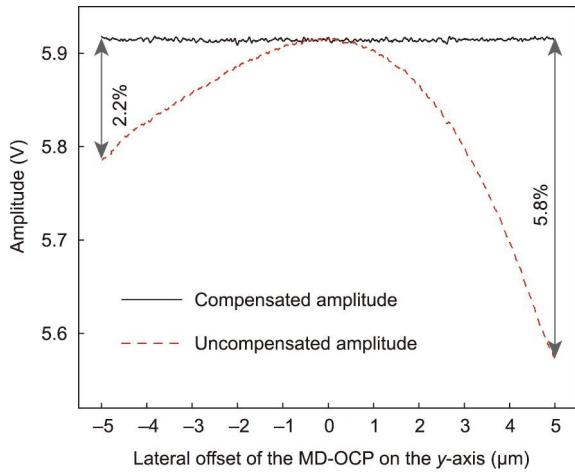


图8. MD-OCP沿 $y$ 轴移动时的振幅补偿曲线。

### 2.3.3. 360°旋转的原点定位

在实际情况下,目标样品几乎不可能与其旋转中心重合,即目标样品在旋转后会偏离其原来的位置。因此,在360°成像过程中需要对这种偏心进行补偿。本文采用一种自开发的定位方法对偏心位移( $\Delta x$ 和 $\Delta y$ )进行自动补偿。如图9(a)所示,在实验之前,通过处理从俯视图( $xy$ 平面)获得的光学图像[图9(a)中的i],得到目标样品的中心坐标 $O_s$ 。图像处理步骤包括灰度处理[图9(a)中的ii]、阈值化[图9(a)中的iii]、孔洞填充[图9(a)中的iv]、边缘轮廓提取和中心点定位[图9(a)中的v]。需要说明的是,光学图像的左上角被选取为坐标原点 $O(0,0)$ ,如图9(b)所示。另外,光学图像中一个单位像素对应的长度为 $0.33\mu\text{m}$ [36]。在标定旋转中心 $O_c$ 时,将样品以一定角度 $\theta_r$ (如 $\theta_r = 2^\circ$ )逆时针旋转 $\text{num}$ 次( $\text{num} = 3\sim 5$ ),期间记录目标样品的中心坐标为 $(x_0, y_0), (x_1, y_1), \dots, (x_{\text{num}}, y_{\text{num}})$ 。然后,通过最小二乘法得到目标样品的旋转

中心 $O_c(x_c, y_c)$ 和旋转半径 $R$ 。因此,如图9(c)所示,旋转 $\theta_r$ 角度后的偏心补偿可由下式给出:

$$\Delta x = x_1 - x_0 = R \sin(\theta_0 + \theta_r) - R \sin \theta_0 \quad (4)$$

$$\Delta y = y_1 - y_0 = R \cos(\theta_0 + \theta_r) - R \cos \theta_0$$

式中, $\theta_0$ 为点 $P_0$ 的初始角度,即 $O_c P_0$ 连线与 $y$ 轴的夹角。

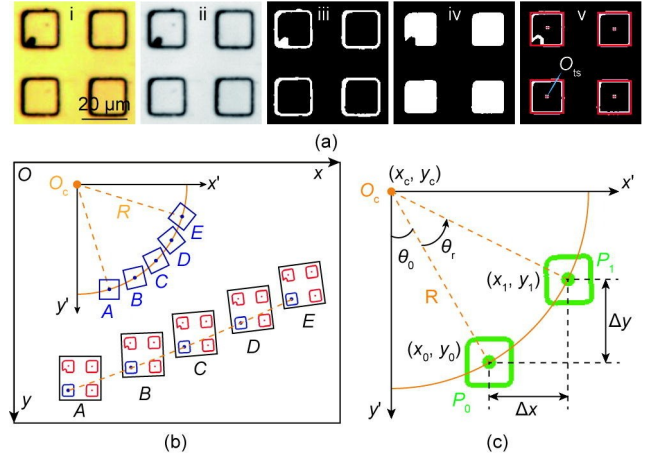


图9. 原点定位方法。(a)图像处理;(b)目标样品旋转中心标定示意图;(c)补偿位移计算示意图。 $O_s$ :目标样品的中心坐标; $O_c$ :旋转中心; $R$ :目标样品的旋转半径; $A\sim E$ :每次旋转后目标样品的中心; $P_0$ 、 $P_1$ :标记点; $\theta_0$ :初始角度; $\theta_r$ :样品旋转角度。

图9(b)中的A~E点代表每次旋转后目标样品的中心,它们的坐标分别为 $(69.96, 288.75)$ 、 $(151.47, 259.05)$ 、 $(220.44, 232.32)$ 、 $(293.70, 201.30)$ 和 $(359.37, 170.28)$ ,单位为 $\mu\text{m}$ 。基于此,获得样品的旋转中心 $O_c$ 为 $(759.32\mu\text{m}, 2157.23\mu\text{m})$ ,旋转半径 $R = 2582.58\mu\text{m}$ 。因此,若以A点为起点,旋转角 $\theta_r = 90^\circ$ ,则 $\Delta x = 1616.52\mu\text{m}$ , $\Delta y = -3275.10\mu\text{m}$ , $\theta_0 = 18.73^\circ$ 。

## 3. 结果与讨论

### 3.1. AFM阶梯光栅的表征

在本部分研究中,使用两种方法(传统的轻敲模式和所提出的方法)对标称高度为 $(560.0 \pm 2.6)\text{nm}$ (TGZ3, NT-MDT, Russia)的AFM阶梯光栅进行测量,以确定所提方法对陡峭侧壁和拐角处细节的3D成像性能。传统的轻敲模式(Dimension Icon, Bruker Co., USA)采用 $\beta = 45^\circ$ ,以及一根 $k = 3\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ 、前角为 $(15 \pm 2)^\circ$ 、后角为 $(25 \pm 2)^\circ$ 、侧角为 $(17.5 \pm 2.0)^\circ$ 的标准探针(RFESPA-75, Bruker Co., USA)执行测量。图10(a)和(b)提供了待测AFM阶梯光栅的SEM图像,从中可以看出光栅的宽度约为 $1.16\mu\text{m}$ ,高度约为 $563.2\text{nm}$  [ $(443.8/\sin 52^\circ)\text{nm}$ ]。

图10(c)和(d)展示了在传统轻敲模式下使用标

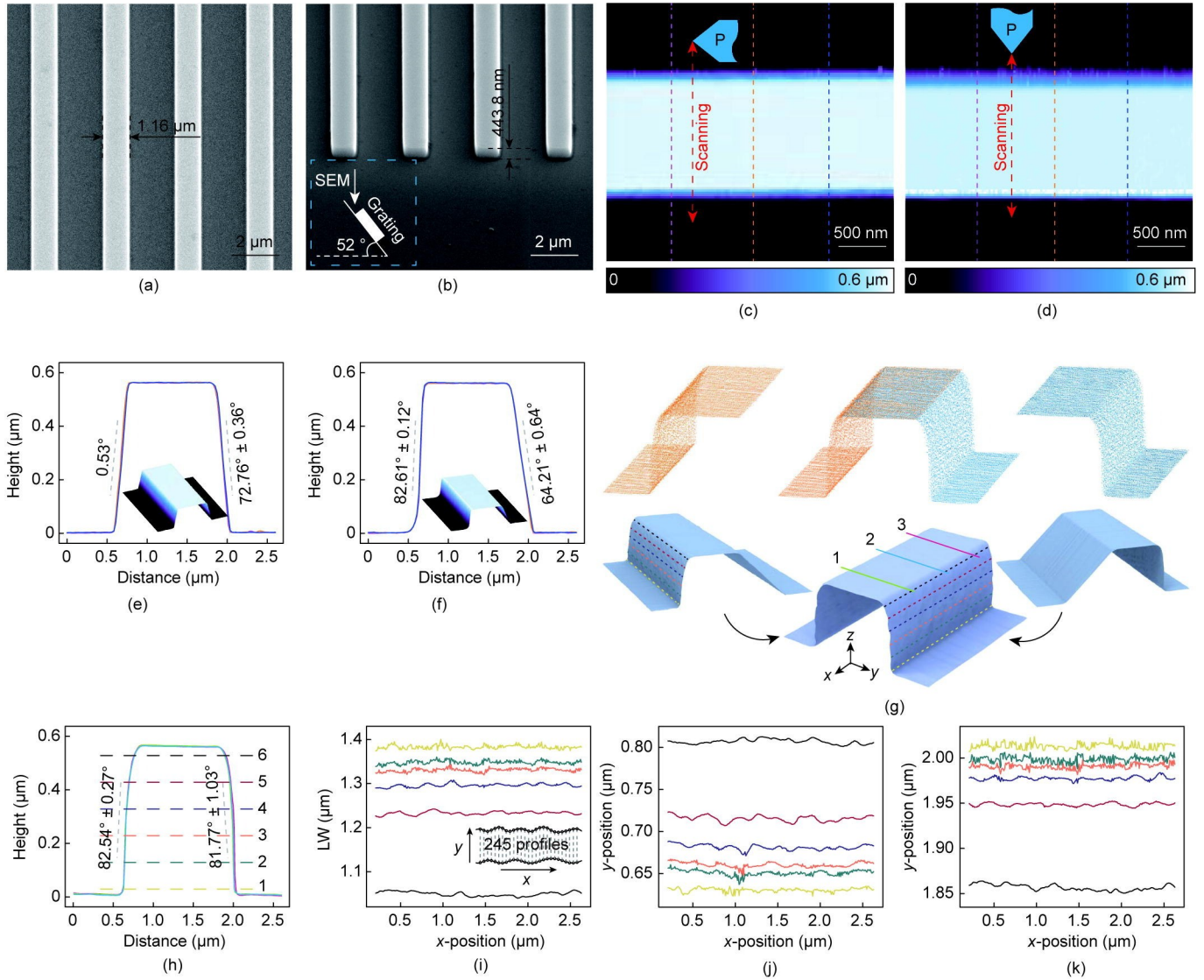


图 10. AFM 阶梯光栅的 SEM 图像。(a) 俯视图；(b) 52° 倾斜角视图。使用标准探针在传统轻敲模式下得到的表征结果：(c) 悬臂梁与光栅平行；(d) 悬臂梁与光栅垂直；(e)、(f) 是 (c) 和 (d) 中标记线处的轮廓线，其中插图为 3D 图像；(g) 利用所提出方法获得的 3D 成像结果。点云数据与三维拼接图像的  $x$ - $y$  范围为：2.9  $\mu\text{m}$   $\times$  2.7  $\mu\text{m}$ 。(g) 中标记线处的具体情况如下：(h) 截面曲线；(i) LW；(j)、(k) 侧壁左侧和右侧的 LER。

准探针获得的表征结果。成像时，每个图像扫描 400 条线，每条扫描线上包含 400 个点，扫描速率为 50 Hz。这两种成像结果的差异主要是由探针与样品的相对位置造成的。如图 10 (c) 所示，当悬臂梁与光栅平行时，表征结果主要受针尖侧角的影响。因此，获得的光栅扫描结果两侧的倾斜角基本一致[图 10 (e)]，标准探针可扫描的临界角为 72.5°。然而，当悬臂梁垂直于光栅时[图 10 (d)]，表征结果不仅与针尖的前后角度有关，还与探针的安装角度 (13°) 有关。如图 10 (f) 所示，测量得到的两个侧壁的角度差为 18.4°，而理论差值为 16° [(15°+13°)-(25°-13°)]。需要注意的是，上述分析忽略了样品的安装角度，并且侧壁倾角是通过图中虚线对应部分的数据进行线性拟合得到的。如前所述，由于针尖形状的影响，在

传统轻敲模式下使用标准探针无法获得光栅的侧壁信息，该测量方法只能用于分析样品的高度。获得的高度 ( $H_{sp}$ ) 信息如表 1 所示。

图 10 (g) 展示了由所提方法获得的两组位置相对的三维扫描点云，并在其下方呈现了重建的 3D 图像。三维扫描点云由 290 条扫描线组成，每条扫描线上有 176 个点，扫描速率为 50 Hz。图 10 (h) ~ (k) 展示了在图 10 (g) 中标出的直线上的轮廓线，其相应的 CD 参数如表 1 所示。图 10 (h) 给出了光栅在  $yz$  平面上的三条截面曲线，显示由 MD-OCP 测量得到的 TGZ3 的阶梯高度 ( $H$ ) 为 (562.9  $\pm$  1.6) nm。这与标准探针测得的结果一致。此外，截面曲线显示光栅左侧倾角为 (82.54  $\pm$  0.27)°，而右侧倾角为 (81.77  $\pm$  1.03)°，该倾斜角与制造工艺有关。图 10 (h)

中的LW表明光栅从底部（1.38  $\mu\text{m}$ ）到顶部（1.05  $\mu\text{m}$ ）逐渐变窄，这与侧壁的倾斜角度相对应。为了测量光栅的LWR，在每个高度处取245条轮廓线，如图10（i）中的插图所示。LWR（ $R_w$ ）可以用下式计算[23]：

$$R_w = 3 \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (W_i - \bar{W})^2} \quad (5)$$

式中， $\bar{W} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |W_i|$ 是LW的平均值； $n$ 是在每个高度上取的轮廓线数； $W_i$ 是双侧壁上对应点间的距离。结果表明，该光栅的LWR为 $(12.7 \pm 1.4)$  nm。图10（j）和（k）给出了侧壁标记线处的剖面线，用于计算侧壁的LER（ $R_c$ ）。SWR（ $R_q$ ）是相对参考线的标准差，而 $R_c$ 被定义为标准差的三倍[38]，因此可用下式表示：

$$R_c = 3R_q = 3 \sqrt{\frac{1}{m} \sum_{i=1}^m (y_i - \bar{y})^2} \quad (6)$$

式中， $\bar{y} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m |y_i|$ 为评价数据的平均值； $m$ 为数据点总数； $y_i$ 为每个点的高度。实验结果显示光栅左侧壁的LER（ $R_c^L$ ）和右侧壁的LER（ $R_c^R$ ）分别为 $(8.9 \pm 1.3)$  nm和 $(8.4 \pm 2.3)$  nm。

表1 AFM阶梯光栅关键尺寸的表征结果

No.	$H_{sp}$ (nm)	$H$ (nm)	LW ( $\mu\text{m}$ )	$R_w$ (nm)	$R_c^L$ (nm)	$R_c^R$ (nm)
1	562.4	564.7	1.38	12.7	6.6	9.8
2	563.6	562.1	1.35	13.4	9.5	10.6
3	563.2	561.9	1.33	12.3	9.3	8.5
4	561.1	—	1.30	11.6	8.9	6.0
5	562.2	—	1.23	11.4	10.6	5.4
6	563.2	—	1.05	15.1	8.6	10.3
Mean	$562.6 \pm 0.9$	$562.9 \pm 1.6$	—	$12.7 \pm 1.4$	$8.9 \pm 1.3$	$8.4 \pm 2.3$

$H$ : step height;  $R_w$ : LWR of the grating;  $R_c^L$ : LER of the left sidewall;  $R_c^R$ : LER of the right sidewall.

### 3.2. 微机电系统(MEMS)器件的表征

为了进一步验证所提出的基于MD-OCP的测量方法面向陡峭侧壁的3D成像能力，研究了一种采用深度反应离子刻蚀技术制备的具有微梳结构的MEMS器件。图11（a）展示了微梳结构的SEM图像，该结构是由均匀的齿状结构组成的。扫描前，MD-OCP首先与目标微梳顶部接触，然后样品沿着 $z$ 轴和快速扫描轴（ $y$ 轴）依次后退一段距离。在保证针尖位于两齿间隙上方时，将样品沿 $z$ 轴向上抬升一定高度。在3D扫描过程中，扫描速度设置为50 Hz，MD-OCP以 $\beta = 45^\circ$ 的倾斜角度斜向靠近侧壁，如图11（a）中放大视图所示。图11（b）展示了MEMS器件的3D成像结果，其中扫描线的数量和每条扫描线上的

点数分别为788和500。图11（c）描述了图11（b）中6条标记线处的相应高度轮廓线。从这6条曲线的线性拟合结果可以看出，MEMS侧壁的倾斜角约为 $88^\circ$ 。图11（d）展示了样品侧壁轮廓的放大视图，从中可以得到侧壁的LER。由图11（d）所示的6条轮廓线计算得到的LER平均值为 $(70.8 \pm 4.8)$  nm。

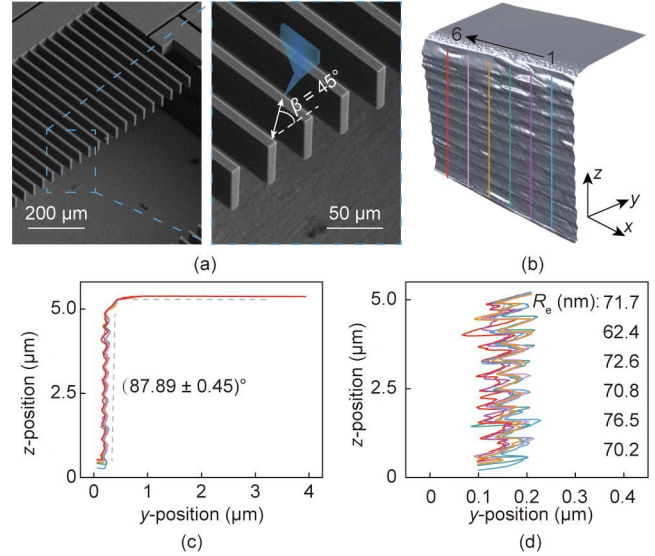


图11. (a) MEMS器件的SEM图像（左）和放大视图（右）；(b) MEMS器件的3D成像结果， $x$ - $y$ 范围： $6.3 \mu\text{m} \times 4.0 \mu\text{m}$ ；(c)、(d)是(b)中标记线处提取的轮廓线及侧壁放大图。

### 3.3. 微阵列芯片的表征

上述实验结果表明，与标准探针相比，所提出的基于MD-OCP的测量方法可以获得更详细的三维结构的CD参数，并且对垂直侧壁具有优异的表征能力。本部分给出了使用所提出方法对微阵列芯片单元进行 $360^\circ$ 成像的表征结果，其中 $\beta = 45^\circ$ ，并与商用标准探针（RFESPA-75, Bruker Co., USA）的表征结果进行了比较。微阵列芯片是生物芯片的一种，是高密度承载核酸[39–40]、蛋白质[41–42]、生物组织[43–44]等生物信息检测器的载体。检测器与样品中的目标分子相互作用产生生物信息，这是生物芯片的主要功能。微阵列芯片因具有高比表面积而被广泛研究[45]。微阵列芯片单元的CD参数可以通过影响生物传感器在基底上的附着力和分布密度而导致芯片质量差异。因此，利用3D测量技术评估微阵列的CD参数至关重要。

本部分研究的微阵列芯片是利用纳米压印技术在聚合物（中间聚合物印章；intermediate polymer stamp, IPS）基底上制作而成[46]。如图12（a）和（b）所示，所表征的微阵列单元为边长约为 $15.5 \mu\text{m}$ 、高度约为 $2 \mu\text{m}$ 的正方形。此外，从图12（b）中可以看出，微阵列单元的边缘是不规则的，侧壁上特别是距离底部 $1.5 \mu\text{m}$ 高度范围内

(见局部放大图), 分布着许多鱼鳞状的毛刺, 这是纳米压印过程中由积聚的残留物质堆积在底部造成的。然而, SEM 图像只能允许定性分析, 难以用于实现定量描述。因此, 通过 3D-AFM 高精度表征其 CD 参数是十分必要的。图 12 (c) 展示了从不同角度 $[0^\circ$  (A)、 $90^\circ$  (B)、 $180^\circ$  (C) 和  $270^\circ$  (D)] (A~D: 侧壁) 对微阵列单元进行 3D 成像的结果。每个成像包含 516 条扫描线, 每条扫描线包含 258 个采样点, 扫描频率为 50 Hz。侧壁的 3D 图像显示出与 SEM 图像相同的特征。从图 12 (d) 可以看出, 3D 形貌重建结果与 SEM 图像高度一致, 其中重建连接的特征点用相同颜色的圆圈进行标记。

图 13 给出了通过上述两种方法表征微阵列单元所得到的实验结果, 从中可以分析出其 CD 参数。图 13 (a) 展示了微阵列单元在不同位置的截面曲线, 沿  $z$  轴有 6 条线, 平行于  $xy$  平面有 4 条线。图 13 (b) 展示了通过标准探针在 50 Hz 成像速度下获得的微阵列单元的 3D 成像结果 (左) 和 2D 形貌 (右), 其中包括 516 条扫描线, 每条线上有 516 个点。图 13 (c) ~ (f) 及图 13 (g) ~ (j) 分别展示了通过上述两种方法得到的 CD 参数, 相应的 CD 参数见表 2 至表 4。如图 13 (c) 和 (g) 所示, 两种方法给出的微阵列单元高度相同, 约为  $2.0 \mu\text{m}$ 。AFM 测量的高度略小于 SEM 图像中的高度 [图 12 (b)], 这是由于在 SEM 样品制备过程中, 样品被拉伸。此外, 样品的上边缘有一些凸起 ( $500 \text{ nm}$ ), 这可能是由纳米压印的回缩引起的。测量的 LW 表明微阵列单元并不是理想的正方形, 其宽度差为  $300 \sim 600 \text{ nm}$  ( $LW_{AC} > LW_{BD}$ )。然而, 传统方法得到的 LW 大于所提出的 3D-AFM 得到的 LW。造成这种差异的原因是样品高度过高, 导致针尖侧壁与样品边缘

产生相互作用。这不仅影响高度测量, 也影响样品侧壁信息的获取。图 13 (d) 和 (h) 为侧壁沿  $z$  轴的剖面线, 从图中可以看出, 在距离底部约  $1.50 \mu\text{m}$  处有明显的堆积。这种材料堆积可能是由部分具有弹性变形的压印件在压力卸载后发生弹性恢复造成的。然而, 传统方法得到的侧壁角明显小于所提方法得到的侧壁角。为了进一步分析两种方法得到的微阵列单元侧壁的角度, 在 4 个侧壁上收集了 10 条曲线进行分析, 结果如表 4 所示, 其中括号中的角度是可以用传统方法测量的临界角。实验结果表明, 除侧壁 C 外, 两种方法测得的侧壁角度基本一致。但是侧壁 C 的差值较大, 说明传统方法可测量的侧壁角度非常有限。

图 13 (e) 和 (i) 展示了样品顶部的轮廓曲线, 结果显示由标准探针获得的表面粗糙度 ( $R_q^{\text{top}}$ ) 小于由所提出的方法获得的表面粗糙度, 这主要是由轮廓曲线位置和针尖半径的差异造成的。侧壁 D 自上而下的剖面线如图 13 (f) 和 (j) 所示, 图中标注了相应的  $R_q$  值。实验结果表明, 所提出的方法得到的  $R_q$  从顶部  $7.0 \text{ nm}$  逐渐增加到底部  $43.5 \text{ nm}$ , 这与 SEM 图像一致。然而, 传统方法得到的结果中并未出现相同的现象。这主要是因为传统方法获取的是伪 3D 信息, 该信息没有  $y$  方向信息, 只有  $z$  方向信息。此外, 标准探针的针尖不能接触侧壁近乎垂直的部分 (材料堆积之上的部分)。这些实验结果表明, 所提出的 3D-AFM 技术可以对被测样品的 CD 参数进行定量分析, 它为纳米压印技术的优化提供了技术支持。

## 4. 结论

本文提出了一种基于 MD-OCP 的 3D-AFM 方法, 该

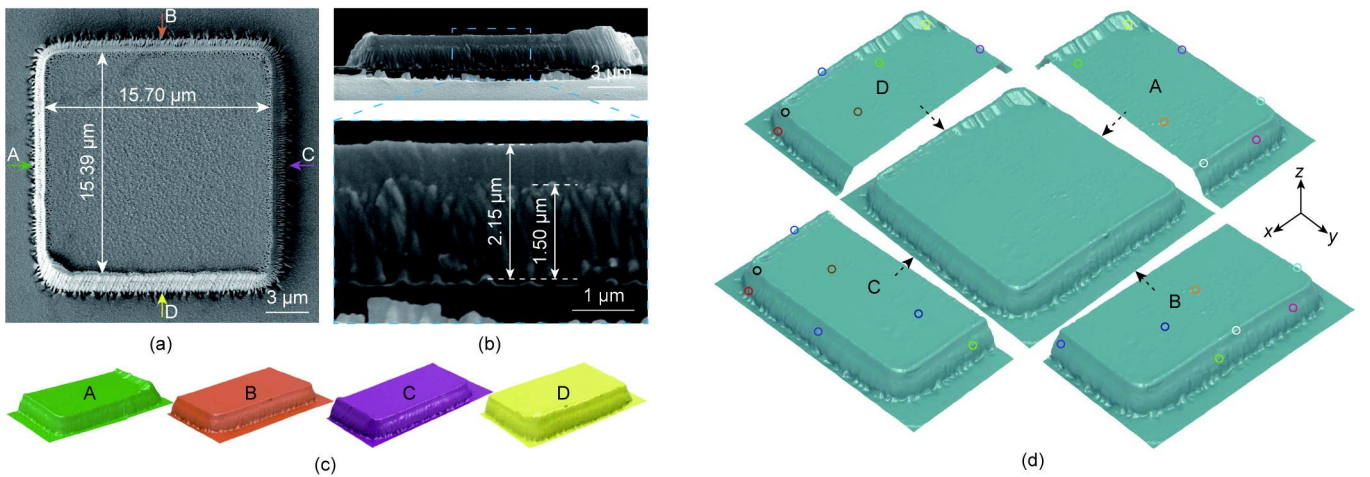


图 12. 微阵列单元的 SEM 图像。(a) 俯视图; (b) 侧视图。注意这些微阵列单元来自同一批次但不完全相同。(a) 所研究的样本单元。(c) 在旋转角度为  $0^\circ$  (A)、 $90^\circ$  (B)、 $180^\circ$  (C) 和  $270^\circ$  (D) (A~D: 侧壁) 时获得的形貌序列图;  $x$ - $y$  范围:  $10 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$ 。(d) 3D 形貌重建结果, 其中重建连接的特征点用相同颜色的圆圈标记。



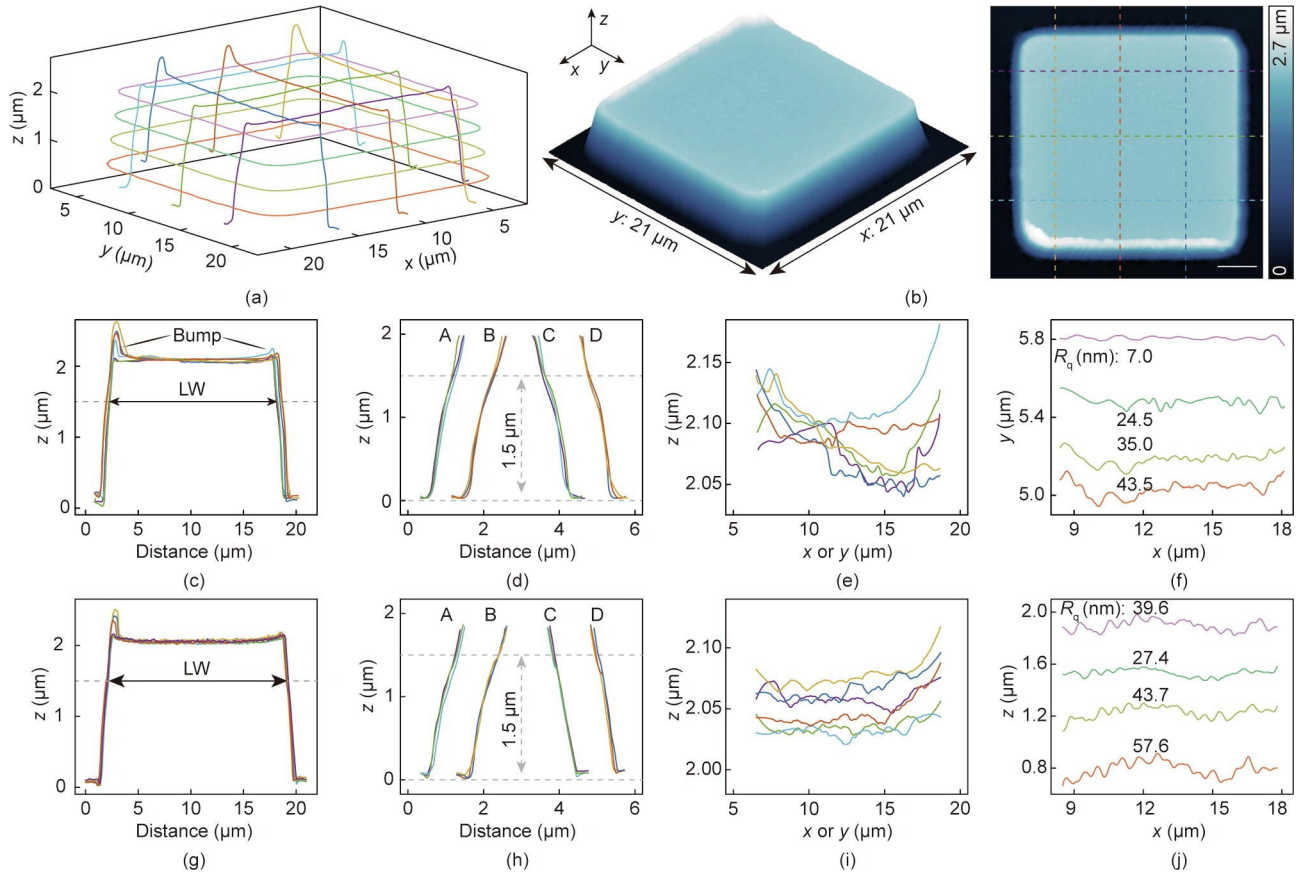


图13. 微阵列单元的3D成像结果。(a)、(c) ~ (f) 由本文所提出的基于MD-OCP的3D-AFM获得；(b)、(g) ~ (j) 由基于标准探针的传统轻敲模式获得。(a) 微阵列单元不同位置的截面曲线，代表了 (c) ~ (f) 中轮廓曲线的位置。(b) 微阵列单元的3D成像(左)和2D形貌成像结果(右)，其中标出了 (g) ~ (j) 中轮廓曲线的位置。(c)、(g) 沿z轴的截面曲线。(d)、(h) 侧壁的剖面线。(e)、(i) 顶部的表面轮廓线(粗糙度)。(f)、(j) 侧壁D不同高度处的表面粗糙度。 $R_q$ : 表面粗糙度。

表2 基于MD-OCP的3D-AFM获取的微阵列单元关键尺寸的表征结果

No.	$H$ ( $\mu\text{m}$ )	$LW_{AC}$ ( $\mu\text{m}$ )	$LW_{BD}$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_q^{\text{top}}$ (nm)
1	2.07	16.63	—	17.5
2	2.09	16.64	—	18.5
3	2.12	16.64	—	18.2
4	2.07	—	15.95	28.0
5	2.10	—	15.98	11.4
6	2.08	—	15.97	24.8
Mean	$2.09 \pm 0.02$	—	—	$19.7 \pm 5.9$

$R_q^{\text{top}}$ : surface roughness of the sample top.

表3 基于标准探针的传统轻敲模式获取的微阵列单元关键尺寸的表征结果

No.	$H$ ( $\mu\text{m}$ )	$LW_{AC}$ ( $\mu\text{m}$ )	$LW_{BD}$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_q^{\text{top}}$ (nm)
1	2.06	17.05	—	7.1
2	2.04	17.13	—	5.5
3	2.03	17.21	—	5.8
4	2.08	—	16.96	9.8
5	2.05	—	16.94	11.7
6	2.07	—	16.94	9.8
Mean	$2.05 \pm 0.02$	—	—	$8.3 \pm 2.5$

表4 微阵列单元的侧壁角度

Sidewall	Proposed 3D-AFM ( $^\circ$ )	Traditional tapping mode ( $^\circ$ )	Deviation ( $^\circ$ )
A	$68.26 \pm 1.02$	$67.76 \pm 1.30$ (78.0)	0.50
B	$67.51 \pm 1.46$	$65.99 \pm 1.22$ (72.5)	1.52
C	$65.48 \pm 2.64$	$61.20 \pm 0.55$ (62.0)	4.28
D	$64.91 \pm 1.34$	$63.93 \pm 1.17$ (72.5)	0.98

方法在自搭建的AFM系统中集成了一个旋转平台以实现360°全方位成像，两个独立的扫描器用于实现探针的矢量跟踪。通过仿真分析对MD-OCP进行了设计和优化，并使用纳米机器人操作系统进行制备。MD-OCP由水平悬臂梁、垂直悬臂梁和可用于磁力驱动的磁珠组成。垂直悬臂梁上突出的针尖使得MD-OCP可以测量深槽和凹边结构。在实验部分，首先利用AFM阶梯光栅进行了与基于标准探针的传统方法的对比实验，该实验验证了所提方法对陡峭侧壁和拐角处细节的表征能力，并揭示了标准探针的局限性。采用3D重建技术对结果进行重建并展示。然后，通过对具有微梳结构的MEMS器件的表征，进一步证明

了MD-OCP对垂直侧壁的测量能力。最后,对微阵列芯片进行了研究,确定了微阵列单元的CD参数。实验结果证明了所提方法的3D成像能力,并揭示了该方法相对于2D成像方法的明显优势。所提出的方法可以在不修改激光系统的情况下实现纳米尺度下样品CD参数的定量分析。这是一种改进AFM表征技术的新方法,有望对微阵列芯片的性能表征产生长远影响。

## Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

## 致谢

本工作得到国家重点研发计划项目(2018YFB1304903)、国家自然科学基金项目(62003116、61925304、62127810)、中国博士后科学基金项目(2021M690832)和黑龙江省博士后基金项目(LBH-Z20138)的资助。

## Compliance with ethics guidelines

Hao Zhang, Junyuan Geng, Haibo Gao, Weibin Rong, and Hui Xie declare that they have no conflict of interest or financial conflicts to disclose.

## References

- [1] Ren Z, Chang Y, Ma Y, Shih K, Dong B, Lee C. Leveraging of MEMS technologies for optical metamaterials applications. *Adv Opt Mater* 2020;8(3):1900653.
- [2] Osiander R, Darrin MAG, Champion JL. MEMS and microstructures in aerospace applications. Boca Raton: CRC Press; 2006.
- [3] Leclerc J. MEMS for aerospace navigation. *IEEE Aerosp Electron Syst Mag* 2007;22(10):31–6.
- [4] Qiu Z, Piyawattanametha W. MEMS-based medical endomicroscopes. *IEEE J Sel Top Quantum Electron* 2015;21(4):376–91.
- [5] Polla DL, Erdman AG, Robbins WP, Markus DT, Diaz-Diaz J, Rizq R, et al. Microdevices in medicine. *Annu Rev Biomed Eng* 2000;2(1):551–76.
- [6] Cao X, Tan C, Sindoro M, Zhang H. Hybrid micro-/nano-structures derived from metal-organic frameworks: preparation and applications in energy storage and conversion. *Chem Soc Rev* 2017;46(10):2660–77.
- [7] Qiu L, Ouyang Y, Feng Y, Zhang X. Review on micro/nano phase change materials for solar thermal applications. *Renew Energy* 2019;140:513–38.
- [8] Siedlik MJ, Yang Z, Kadam PS, Eberwine J, Issadore D. Micro- and nano-devices for studying subcellular biology. *Small* 2021;17(3):2005793.
- [9] Halder A, Sun Yi. Biocompatible propulsion for biomedical micro/nano robotics. *Biosens Bioelectron* 2019;139:111334.
- [10] Kim SK. Effects of line-edge roughness on extreme ultraviolet lithography CDs and fin-field-effect-transistor performance for below 10-nm patterns. *J Nanosci Nanotechnol* 2017;17(11):8338–43.
- [11] Kim HW, Lee JY, Shin J, Woo SG, Cho HK, Moon JT. Experimental investigation of the impact of LWR on sub-100-nm device performance. *IEEE Trans Electron Dev* 2004;51(12):1984–8.
- [12] Bohn S, Sperlich K, Allgeier S, Bartschat A, Prakasam R, Reichert KM, et al. Cellular *in vivo* 3D imaging of the cornea by confocal laser scanning microscopy. *Biomed Opt Express* 2018;9(6):2511.
- [13] Yin B, Piao Z, Nishimiya K, Hyun C, Gardecki JA, Mauskapf A, et al. 3D cellular-resolution imaging in arteries using few-mode interferometry. *Light Sci Appl* 2019;8(1):104.
- [14] Zou YB, Khan MSS, Li HM, Li YG, Li W, Gao ST, et al. Use of model-based library in critical dimension measurement by CD-SEM. *Measurement* 2018;123:150–62.
- [15] Seo JH, Lee C, Lee B, Doi A, Yamauchi A, Bizen D, et al. Non-destructive depth measurement using SEM signal intensity. In: *Proceedings of Metrology, Inspection, and Process Control for Semiconductor Manufacturing XXXV*; 2021 Feb 22–27; online. SPIE; 2021. p. 116112Q.
- [16] Baumann FH, Popielarski B, Lu Y, Mitchell T. Extension of CD-TEM towards 3D elemental mapping. *IEEE Trans Semicond Manuf* 2020;33(3):346–51.
- [17] Moore SI, Ruppert MG, Yong YK. AFM cantilever design for multimode Q control: arbitrary placement of higher order modes. *IEEE/ASME Trans Mechatron* 2020;25(3):1389–97.
- [18] Wu Y, Fang Y, Wang C, Fan Z, Liu C. An optimized scanning-based AFM fast imaging method. *IEEE/ASME Trans Mechatron* 2020;25(2):535–46.
- [19] Braker RA, Luo Y, Pao LY, Andersson SB. Improving the image acquisition rate of an atomic force microscope through spatial subsampling and reconstruction. *IEEE/ASME Trans Mechatron* 2020;25(2):570–80.
- [20] Martin Y, Wickramasinghe HK. Method for imaging sidewalls by atomic force microscopy. *Appl Phys Lett* 1994;64(19):2498–500.
- [21] Murayama K, Gonda S, Koyanagi H, Terasawa T, Hosaka S. Critical-dimension measurement using multi-angle-scanning method in atomic force microscope. *Jpn J Appl Phys* 2006;45(7):5928–32.
- [22] Murayama K, Gonda S, Koyanagi H, Terasawa T, Hosaka S. Side-wall measurement using tilt-scanning method in atomic force microscope. *Jpn J Appl Phys* 2006;45(6B):5423–8.
- [23] Xie H, Hussain D, Yang F, Sun L. Atomic force microscope caliper for critical dimension measurements of micro and nanostructures through sidewall scanning. *Ultramicroscopy* 2015;158:8–16.
- [24] Xie H, Hussain D, Yang F, Sun L. Development of three-dimensional atomic force microscope for sidewall structures imaging with controllable scanning density. *IEEE/ASME Trans Mechatron* 2016;21(1):316–28.
- [25] Zavedeev EV, Jaeggi B, Zuercher J, Neuenschwander B, Zilova OS, Shupegin ML, et al. Effects of AFM tip wear on frictional images of laser-patterned diamond-like nanocomposite films. *Wear* 2018;416–417:1–5.
- [26] Strahlendorf T, Dai G, Bergmann D, Tutsch R. Tip wear and tip breakage in high-speed atomic force microscopes. *Ultramicroscopy* 2019;201:28–37.
- [27] Shen J, Zhang D, Zhang FH, Gan Y. AFM characterization of patterned sapphire substrate with dense cone arrays: image artifacts and tip-cone convolution effect. *Appl Surf Sci* 2018;433:358–66.
- [28] Florin EL, Radmacher M, Fleck B, Gaub HE. Atomic force microscope with magnetic force modulation. *Rev Sci Instrum* 1994;65(3):639–43.
- [29] Jayanth GR, Jeong Y, Menq CH. Direct tip-position control using magnetic actuation for achieving fast scanning in tapping mode atomic force microscopy. *Rev Sci Instrum* 2006;77(5):053704.
- [30] Meng X, Zhang H, Song J, Wen Y, Sun L, Xie H. Simultaneously measuring force and displacement: calibration of magnetic torque actuated microcantilevers for nanomechanical mapping. *IEEE Sens J* 2018;18(7):2682–9.
- [31] Meng X, Zhang H, Song J, Fan X, Sun L, Xie H. Publisher Correction: broad modulus range nanomechanical mapping by magnetic-drive soft probes. *Nat Commun* 2018;9:304.
- [32] Xie H, Meng X, Zhang H, Sun L. Development of a magnetically driven microgripper for piconewton force-controlled microscale manipulation and characterization. *IEEE Trans Ind Electron* 2020;67(3):2065–75.
- [33] Habibullah H. 30 years of atomic force microscopy: creep, hysteresis, cross-coupling, and vibration problems of piezoelectric tube scanners. *Measurement* 2020;159:107776.
- [34] Xie H, Wen Y, Shen X, Zhang H, Sun L. High-speed AFM imaging of nanopositioning stages using  $H_\infty$  and iterative learning control. *IEEE Trans Ind Electron* 2020;67(3):2430–9.
- [35] Geng J, Zhang H, Meng X, Rong W, Xie H. Sidewall imaging of microarray-based biosensor using an orthogonal cantilever probe. *IEEE Trans Instrum Meas* 2021;70:1–8.

- [36] Xie H, Zhang H, Song J, Meng X, Wen Y, Sun L. High-precision automated micromanipulation and adhesive microbonding with cantilevered micropipette probes in the dynamic probing mode. *IEEE/ASME Trans Mechatron* 2018; 23(3):1425–35.
- [37] Palacio MLB, Bhushan B. Normal and lateral force calibration techniques for AFM cantilevers. *Crit Rev Solid State Mater Sci* 2010;35(2):73–104.
- [38] Foucher J, Pikon A, Andes C, Thackeray J. Impact of acid diffusion length on resist LER and LWR measured by CD-AFM and CD-SEM. In: *Proceedings of Metrology, Inspection, and Process Control for Microlithography XXI*; 2007 Feb 25-Mar 2; San Jose, CA, USA. SPIE; 2007. p. 65181Q.
- [39] Beltramo C, Riina MV, Colussi S, Campia V, Maniaci MG, Biolatti C, et al. Validation of a DNA biochip for species identification in food forensic science. *Food Control* 2017;78:366–73.
- [40] Wang LC, Huang D, Pu CE, Wang CH. Avian oncogenic virus differential diagnosis in chickens using oligonucleotide microarray. *J Virol Methods* 2014; 210:45–50.
- [41] Song Y, Ye Y, Su SH, Stephens A, Cai T, Chung MT, et al. A digital protein microarray for COVID-19 cytokine storm monitoring. *Lab Chip* 2021; 21(2): 331–43.
- [42] Zong C, Venot A, Li X, Lu W, Xiao W, Wilkes JS, et al. Heparan sulfate microarray reveals that heparan sulfate-protein binding exhibits different ligand requirements. *J Am Chem Soc* 2017;139(28):9534–43.
- [43] Klein O, Kanter F, Kulbe H, Jank P, Denkert C, Nebrich G, et al. MALDI-imaging for classification of epithelial ovarian cancer histotypes from a tissue microarray using machine learning methods. *Proteomics Clin Appl* 2019;13(1): 1700181.
- [44] Coati I, Lotz G, Fanelli GN, Brignola S, Lanza C, Cappellesso R, et al. Claudin-18 expression in oesophagogastric adenocarcinomas: a tissue microarray study of 523 molecularly profiled cases. *Br J Cancer* 2019;121(3):257–63.
- [45] Vo-Dinh T. Biosensors and biochips. In: Ferrari M, Bashir R, Wereley S, editors. *BioMEMS and biomedical nanotechnology*. Boston: Springer; 2006. p. 1–20.
- [46] Mack CA. Reducing roughness in extreme ultraviolet lithography. *J Micro/Nanolith MEMS MOEMS* 2018;17(4):041006.