

用立体电子显微术法测超光滑表面的微小形貌

王景山 姚秀兰

一、前 言

随着科学技术的迅速发展,近几十年来,工业、国防以及科学实验对超光滑表面的需求日益增加。所谓超光滑表面是指表面的高度起伏(与平均平面之差)为零点几个nm到几个nm。超光滑表面主要用于薄膜光学研究、X射线光学元件、同步辐射器反射元件、大功率激光器的镜面及窗口和大规模集成电路元件基底等。这些装置的性能都受到原子尺度的表面粗糙度的限制。为此,了解超光滑表面粗糙度是一个非常重要的问题。伴随着这些领域的发展,国外对超光滑表面粗糙度的检测理论的研究和对检测仪器研制进行了许多工作。

目前,国外已发展了许多检查超光滑表面的方法,但没有一种方法可以单独的全面评价超光滑表面的粗糙度^[1]。

(1) 等色序条纹法(FECO)^[2]

垂直灵敏度可达0.2nm,横向分辨率2 μ m,只能观测镀了银的反射面。

(2) 微分干涉对比显微术法(DICM)^[3,4]

垂直分辨率1nm,横向分辨率0.2 μ m,是定性或半定量的方法,目前国外已在研究定量的理论和方法。

(3) 机电记录笔法^[5]

垂直分辨率0.5nm,横向分辨率受记录笔接触面积的限制极限为0.2 μ m。此法不需镀膜,使用简单方便。

(4) 散射法

分为激光散射法及X射线散射法^[6]。X射线散射法垂直分辨率可达0.25nm,需在真空条件下进行。

(5) 立体电子显微术法

垂直与横向分辨率可达1nm左右。

加工超光滑表面的材料有石英、光学玻璃、微晶玻璃等。X射线用镍、铍,大功率激光器反射镜用铜、铝和不锈钢。同步辐射反射器使用碳化硅等。

为满足X光成像系统要求表面粗糙度2nm(均方根值)的任务,我们用立体电子显微术法对超光滑表面粗糙度进行了测试。这种方法可将表面形貌详细绘成图并画出等高线。它能够测量和电子显微镜横向分辨率一样大小的纵向分辨率,可达1nm左右。

二、方法的理论依据

立体电子显微术法实际上是运用航空摄影测量绘制地面立体图的原理,用于表面粗糙度

的测量，它是航空立体摄影测量在非地形测量方面的应用。其基本原理是对样品同一区域在不同方向摄取两张电子显微照片，利用光学立体量测原理，放在立体量测仪上，测出两点之间的视差，然后按联系视差和相对高度的视差方程，求出相对高度，并可绘出表面形状或等高线图。从而观测超光滑表面的细微形貌及粗糙度。

1963年 Nankivell^[7]把电子显微镜看成是“薄透镜”成像推导出古典视差方程：

$$\Delta h = \frac{\Delta y}{2M \sin \theta} \dots\dots\dots (1)$$

式中：Δh为高程差；Δy是立体对照片上的水平视差；M为总放大倍率；θ为样品转角。

(1) 式是古典视差方程，由上式可见立体对上同名点的水平距离之差是与高程差直接联系起来的，如果测出视差就可以算出高程差来。

实际上样品转轴与光轴不会相交，1973年 Butler^[8]推导出(由图1)的一般视差方程：

$$\Delta y = \Delta h \cdot 2M \sin \theta + \Delta s (M_2 \cos \theta_2 - M_1 \cos \theta_1) \dots\dots\dots (2)$$

(2) 式中Δs(M₂cosθ₂-M₁cosθ₁)是增加的视差(Δy)_s，(M₂，θ₂和M₁，θ₁是立体对的放大倍率和转角，)当两张照片放大投影不相等时产生，一般称为倾斜误差。后面将对倾斜误差进行讨论。

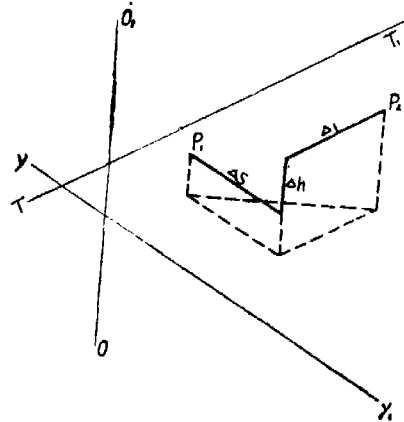


图1 样品表面上两点对各投影轴的相对位置

三、立体电子显微摄影测量过程

1. 样品复制

因为电子显微镜不能直接测量样品表面，所以要进行样品复制。供测量的复制品必须保持原样品的表面形状，并有一定的电子传导性。由于重金属铂的粒子较小，分布较均匀，同时铂金蒸发的是单原子层能显示足够的反衬度。因此，我们镀铂来“装饰”被测样品，使样品表面再现。同时蒸发一层碳作为支撑膜，以提高复制样品的刚度。

图2是镀铂金的复制品表面放大十万倍的电子显微照片，它的表面为网状结构，表面上约有0.45nm的颗粒，颗粒之间的最大间距约0.35nm。复型膜厚度控制在200nm左右，表面铂镀层厚度约为2nm。

2. 立体象对的摄取

用日本日立公司生产的JEM100CX型电子显微镜摄取立体象对。为了获得最大的立体效应，将样品旋转±20°，分别摄影获得立体象对，放大倍数为50,000倍或100,000倍，电压为100kV。

拍摄光栅槽形时，要旋转样品台，使旋转轴与光

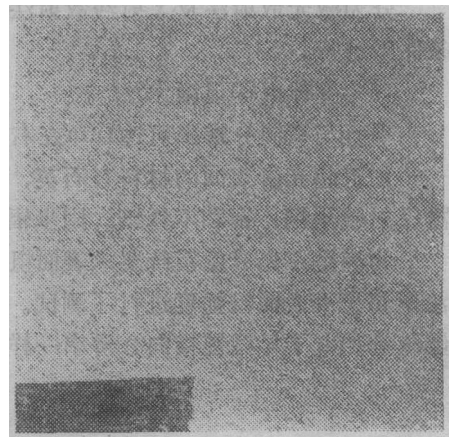


图2 复制品放大100,000倍的电子显微照片

栅槽形平行,即电子光束与光栅槽垂直,将样品绕倾斜轴转 $+\theta$ 角,定心、调焦后进行第一次曝光,然后将样品在相反方向旋转 $-\theta$ 角,重新定心与调焦,进行第二次曝光。

为使立体象对畸变最小,应选用玻璃干板摄像。晒印材料也应是高质量的,最好使用涂沦片基的材料,图3是光栅放大10万倍的立体象对照片之一。

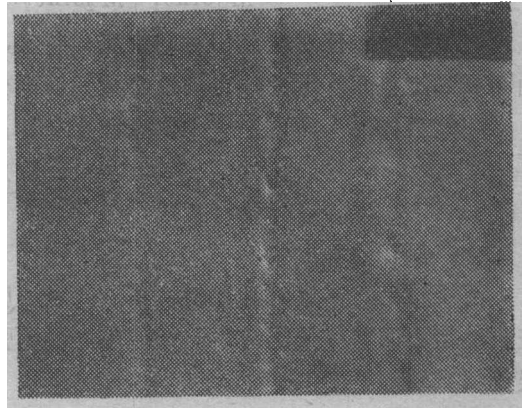


图3 光栅槽形的立体象对之一

3. 立体象对的测量

将电子显微镜拍摄的立体象对照片用国产LCY-2型立体量测仪进行视差测量。事先需按规程将仪器校准好。仔细地调整立体片转轴的位置。确定好定向线后,按一定尺寸网格的位置测量各网格点视差值。

如: $M = 2 \times 10^5$, $2\theta = 40^\circ$ 视差杆分度值为0.01mm时,则:

$$\Delta h = \frac{\Delta y}{2M \sin \theta} = \frac{0.01}{4 \times 10^5 \sin 20^\circ} = 0.06 \text{ nm}$$

也即当高程差为0.06nm时,视差 $\Delta y = 0.01 \text{ mm}$,按上述条件如不平度高程差为5nm时,总的视差为0.85mm。

四、测量误差及校正

1. 测量误差

由古典视差方程可知,误差由视差的测量精度、倍率差、转角差组成:

将(1)式 $\Delta h = \frac{\Delta y}{2M \sin \theta}$ 全微分得

$$d(\Delta h) = \frac{d(\Delta y)}{2M \sin \theta} - \frac{\Delta y}{2M^2 \sin \theta} d(M) - \frac{\Delta y}{2M \sin^2 \theta} \cdot \cos \theta d\theta = \frac{\Delta h}{\Delta y} d(\Delta y) - \Delta h \frac{dM}{M} - \Delta h \text{ctg} \theta d\theta$$

进行误差合成有:

$$d(\Delta h) = \Delta h \sqrt{\left(\frac{d(\Delta y)}{\Delta y}\right)^2 + \left(\frac{dM}{M}\right)^2 + (\text{ctg} \theta d\theta)^2}$$

若: $\Delta h = 3.5 \text{ nm}$ $\theta = 20^\circ$ $M = 200,000$ $\Delta y = 0.48 \text{ mm}$ $d(\Delta y) = 0.01 \text{ mm}$
 $d\theta = 0.1^\circ$

$$\frac{dM}{M} = 2\%$$

则 $d(\Delta h) = 0.102 \text{ nm}$ 为测量高程差3.5nm的3%。

2. 倾斜误差

由(2)式知,如果 $M_1 \cos \theta_1 \approx M_2 \cos \theta_2$ 要考虑 $(\Delta y)_n$ 的影响,由 $(\Delta y)_n$ 引起的误差由下式给出^[1]。

$$(\Delta h)_m = \frac{(\Delta y)_m}{M_1 \sin \theta_1 - M_2 \sin \theta_2} = \frac{\Delta s (M_2 \cos \theta_2 - M_1 \cos \theta_1)}{M_1 \sin \theta_1 - M_2 \sin \theta_2}$$

这就是说对任意两点相对高度都有误差，这误差与它们之间的横向距离成正比的。这是由于样品倾斜而产生的，也是由于放大倍率失配而引起的倾斜差。

在整个样品上考虑，这个值近似于与样品转轴成 ϕ_1 角的影响，即

$$\text{tg} \phi_1 = \frac{(\Delta h)_m}{\Delta s} = \frac{M_2 \cos \theta_2 - M_1 \cos \theta_1}{M_1 \sin \theta_1 - M_2 \sin \theta_2} \dots \dots \dots (4)$$

3. 像片对准误差

由于拍摄立体象对时复制膜在显微镜中旋转以及测量时的按装误差，使象对转角产生误差，经精心调整尽量使转角误差减小，如两张像片旋转角分别是 α_1 和 α_2 ，可引起视差方向的误差 $(\Delta h)_I$ 。

由Butler^[8]导出 $(\Delta h)_I$ 引起的高度变化为：

$$(\Delta h)_I = \frac{(\Delta y)_I}{M_1 \sin \theta_1 - M_2 \sin \theta_2} \dots \dots \dots (5)$$

在整个样品上考虑相当于样品与 y_1 轴成 ϕ_2 角时倾斜误差的影响为：

$$\text{tg} \phi_2 = \frac{(\Delta h)_I}{\Delta I} = \frac{M_1 \sin \alpha_1 - M_2 \sin \alpha_2}{M_1 \sin \theta_1 - M_2 \sin \theta_2} \dots \dots \dots (6)$$

倾斜误差和像片对准误差，可通过在立体量测仪上将模型置平的方法，来消除 ϕ_1 及 ϕ_2 的影响；也即在测量时，采用校正机构将模型“置平”。相当于把样品转过一个角度，对每个点进行等比例的修正。

五、结果与讨论

根据各网点所测视差结果，可以观察出测量表面的样品概貌。若各网点视差值沿两条方向无明显系统增减（即模型是置平的）则按视差公式算出相对高程差。根据算得数据，即可

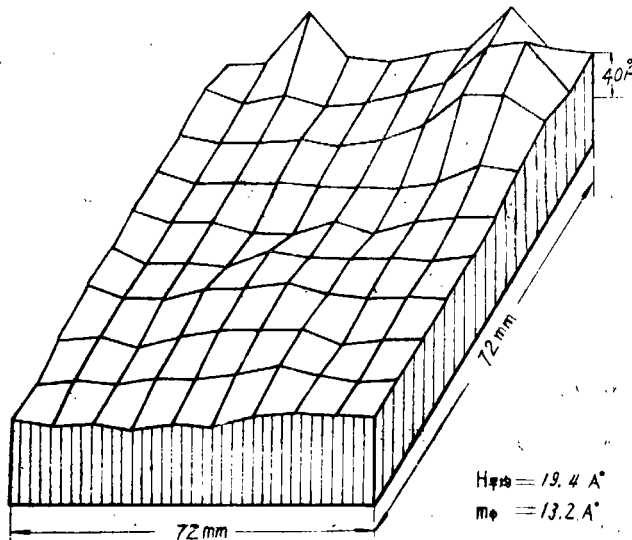


图4 表面形貌图

制作样品不平度的立体图，并可画出等高线图。

图4、图5是经超精加工的K₉玻璃表面的测试结果；由图4见到表面不平度均方根值为1.92nm。图6是等高线图程差为1nm（每点的高差值单位是1nm）。

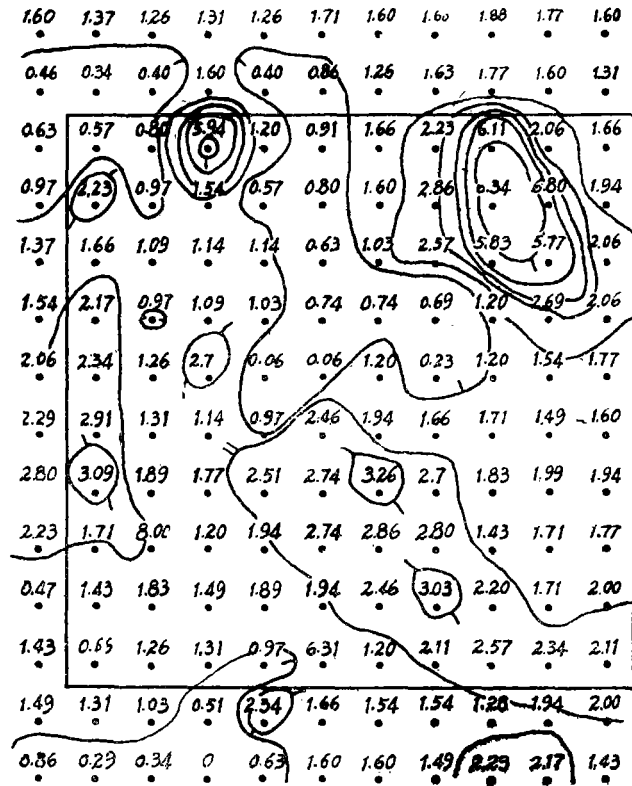


图5 表面的等高线图

此种方法是立体摄影测量在非地形测量方面的一种应用，因电子显微镜所摄象对不具有中心投影特性，所以不能用航摄的全能仪器进行测量，只能用立体量测仪测量视差。

制作样品复制品应当非常仔细，制作工艺应保证复制品没有应力畸变。以使复制品是被测样品表面形貌的真实再现。

当复制品从表面移去时会发生畸变，因要用力克服附着力，特别是样品越光滑附着力越大，因而增加了剥离力，实际上测量的是膜层的中间部份，整体畸变对这一部份影响会小些。从数据上看总的测量高度范围只有5nm，测量的变化仅是测量部份的2.5%。

如果样品全面粗糙度一致，并且样品允许一次使用（因要用酸洗）这种方法用来测表面微小形貌是切实可行的。还可以用来观测光栅槽形。

实验中贾淑芝同志协助制备复型模，在此表示感谢。

参 考 文 献

- [1] K. Lindsey et al.; Optical Engineering, 1976, 15, No.3, 220.
- [2] J. M. Bennett; Appl. Opt., 1976, 15, No.11, 2705.
- [3] D. L. Lessor et al.; J. Opt. Soc. Am., 1979, 69, No.2, 357.

- [4] J. S. Hartma et al., Appl. Opt., 1980, 19, No. 17, 2998.
- [5] J. F. Verrill, Journal of Physics E: Instruments Scientific, 1973, 6, No. 2, 1199.
- [6] 蒋筑英, 光学机械, 1980, 6, 20.
- [7] J. F. Nankivell, Optik, 1963, 20, 171.
- [8] D. W. Butter, Micron, 1973, 4, 410.