

# 用于纳米测量的扫描 X 射线干涉技术\*

王 林 曹 芒 李达成

(清华大学测试技术与仪器国家重点实验室 北京 100084)

**摘要** 介绍扫描 X 射线干涉仪在当前纳米测量技术中的重要意义, 阐述了该技术的基本原理, 全面介绍了国外在该领域的研究现状, 并对影响纳米测量的扫描 X 射线干涉技术的主要因素进行了分析。

**关键词** 扫描 X 射线干涉仪 纳米测量

## 1 引 言

八十年代, 由于扫描隧道显微镜的发明和应用, 使人们增加了观测原子量级微观世界的的能力, 它和随之出现的各种扫描探针显微术(SPM) 一起在生物、化学、物理学、微电子学、材料学、摩擦学等领域的应用日益广泛, 一门新兴的科学即纳米科学与技术正在形成, 但是, 目前以 SPM 为基础的观测技术只能给出纳米级的分辨率, 却不能给出表面结构准确的纳米尺寸, 这是因为到目前为止还缺少简便的纳米精度(0.1~0.01nm) 的尺寸测量和定标手段。特别是对纳米制造即所谓原子操作来说, 如果不能给出准确的位置, 不可能有任何的实际意义。因此迫切需要一种具有纳米甚至亚纳米精度的装置对其进行定标。

六十年代, 美国 NBS(现称 NIST) 和德国 PTB 分别对硅(220) 晶体的晶面间距进行了测量<sup>[1]</sup>, 测量结果如下:

$$\text{PTB: } d = 192015.560 \pm 0.012 \text{ fm} \quad \text{NBS: } d = 192015.902 \pm 0.019 \text{ fm}$$

可见, 在不同地域不同条件下生长的硅单晶, 其晶面距非常接近。日本 NRLM 在 0.02 恒温下对(220) 晶面间距进行了 18 天稳定性测试<sup>[2]</sup>, 结果发现该晶面间距的变化为 0.1fm。两个实验结果充分说明单晶硅的晶面间距具有较好的稳定性。扫描 X 射线干涉测量技术, 正是

\* 国家自然科学基金资助项目(编号 596765079)

收稿日期: 1997-06-09

修稿日期: 1997-08-21

利用单晶硅的晶面间距作为具有亚纳米精度的基本测量单位。再加上 X 射线的波长比可见光波长小两个数量级, 因此容易得到高分辨率。X 射线干涉测量纳米测量技术较其它方法对环境的要求低, 测量稳定性好, 同时结构也较简单, 因此是一种很有潜力的方便的纳米测量方法。

## 2 扫描 X 射线干涉纳米测量技术基本原理

当单色 X 射线以布拉格角入射到完整的单晶硅晶体上时, 根据 X 射线动力学理论, 会有三束出射光(图 1a): 随着在晶体中传输距离按指数规律衰减的直接入射光, 满足 Bragg 条件的衍射光和由于异常 Borrmann 效应而出现的前向衍射光。衍射光和前向衍射光后两束光相对晶面呈对称分布, X 射线干涉仪就是利用了晶体的这一分束特性。为了保

证晶片反射晶面的一致性, 必须在同一晶块上制作三片互相平行的晶片(图 1b), 分别称为分束器(S)、镜子(M)和分析器(A)。当单色 X 射线以布拉格角入射时, 经过分束器和镜子分别衍射后的出射光会聚在分析器上, 发生第三次衍射。因而在分析器后就出现放大的 Moire 干涉条纹。然后, 将分析器与另两片晶片切开, 分析器可以沿反射面倒格矢方向相对其它两晶片移动。当分析器移动时, 输出光的强度周期性的按正弦规律变化, 且分析器每移动一个晶面间距, 输出光强就变化一个周期, 而与 X 射线的波长无关。这样通过计算接收信号的周期数, 乘以相应的晶面间距, 即可得到分析器移动的微位移的大小。如果利用(220)晶面作衍射面, 以其晶面间距(0.192nm)作为基本测量单位, 很容易实现纳米精度的测量。

扫描 X 射线干涉测量系统的原理装置图如下:

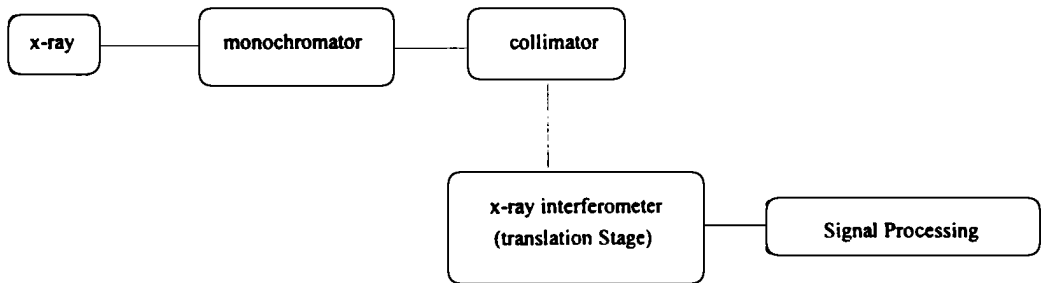


Fig. 2 X-ray interferometry

X 射线源一般采用 X 射线管装置或同步辐射源, 为了尽量减少晶片的吸收, 波长一般选用小于 0.1nm 的短波长。单色仪是根据布拉格反射原理制成的, 准直系统一般由若干狭缝组成。分析器放在微动平台上, 随着微动平台而产生微位移。X 射线一般用 NaI 闪烁计数器, 计

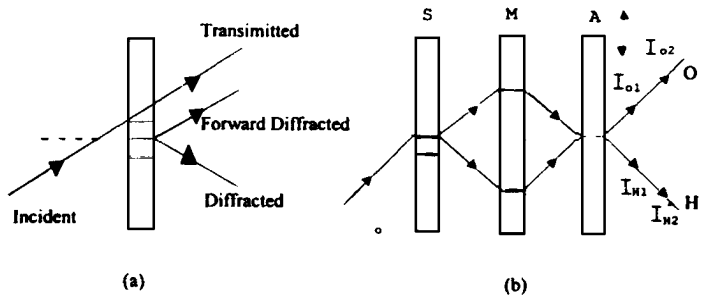


Fig. 1 Principle of the X-ray interferometer

数器按分析器移动的步长逐点测量输出 X 光的强度值, 作出输出光强的周期变化曲线, 以实现纳米级微位移测量。

### 3 X 射线干涉纳米测量技术的国内外现状

X 射线干涉仪是 1965 年由 Bouse 和 Hart 发明的<sup>[3]</sup>, 最早 X 射线干涉仪一直用于阿佛加德罗常数的确定。1968 年, Hart 发现完整晶体和晶格可作为具有埃分辨率的测量仪器“埃尺”对微小位移进行测量<sup>[4]</sup>。直到 1983 年, 英国人 D. G. Chetwynd 才开始将其用于微位移测量, 其测量精度可达 100 $\mu\text{m}$ , 测量位移达到 100nm。目前, 英国、德国、日本、美国等国家都开展了扫描 X 射线干涉测量系统的研制工作。

在 X 射线干涉测量系统中, 有两种典型结构。一种是以英国代表的整体式结构即干涉仪和微动机构由同一块硅制成, 这种结构性能优良, 结构简单, 对环境条件要求低, 代表着一种发展趋向(见图 3)。其整体尺寸为  $42 \times 300 \times 22\text{mm}^3$ , 晶片尺寸为  $10 \times 5 \times 1\text{mm}^3$ , 晶片间距为 15mm, 柔性铰链机构的厚度为 5mm, 内刻有 20mm 长的槽, 以永磁铁与螺线管的作用力驱动柔性铰链机构实现 100 $\mu\text{m}$  的微位移量, 利用它可以实现纳米级位移传感器的校正<sup>[5]</sup>, 其测量分辨率可达 5 $\mu\text{m}$ 。

另一种是以日本为代表的分体式结构。即用单晶硅制 X 射线干涉仪, 微动平台用金属材料如不锈钢制作。其特点是加工比较简单, 但由于系统使用两种材料, 环境会对整体系统产生较大影响, 对环境要求较高。日本国家计量实验室(NRLM)研制的 X 射线干涉计量系统(XROI)(见图 4)<sup>[6]</sup>, X 射线

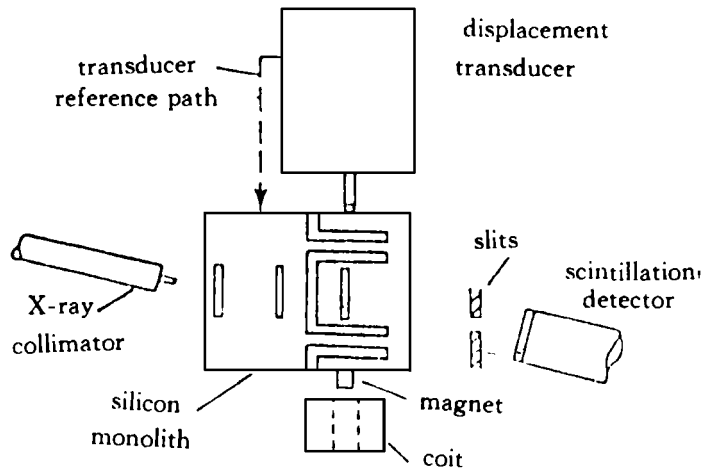


Fig. 3 X-ray interferometer in England

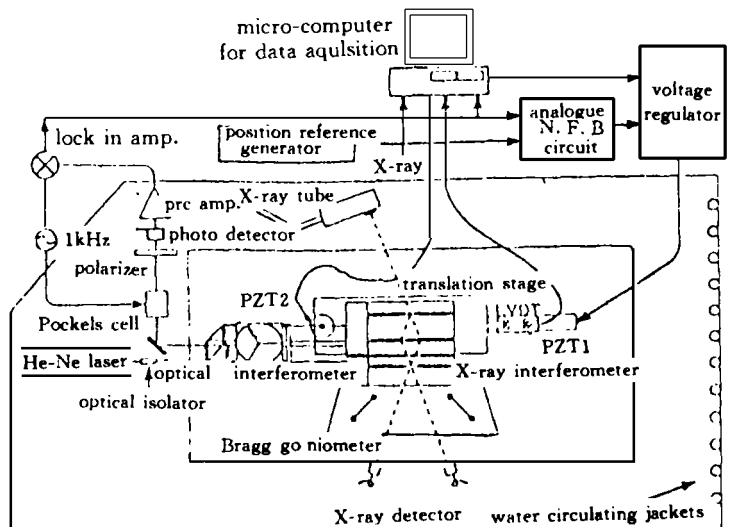


Fig. 4 X-ray interferometer of NRLM in Japan

源采用同步辐射源/钨靶 X 射线源,测量环境为 0.1Pa 的真空,装置放在谐振频率为 0.7Hz 的防震平台上,环境温度变化保持在 0.01 ,分束器和镜子放在微动平台上,平台由两个 PZT 驱动,柔性机构由两个通过杠杆结构相连的平行四边形构成,微动距离 70 $\mu\text{m}$ 。分析器的偏转可由自准直仪及电容测微计进行监测,并由二维调节架进行调节,使其侧滑小于 10nrad,俯仰角小于 5nrad。同时还有一套 pm 量级分辨率激光干涉系统进行测量实现测量结果的比对。

目前,意大利的 IMGC、德国的 PTB 和英国的 NPL 三家研究机构共同开发了一套光学和 X 射线组合系统(COXI)<sup>[7]</sup>,以实现纳米级位移传感的校验,对于 10 $\mu\text{m}$  范围的位移,其测量精度为  $\pm 10\text{pm}$ ;对于 1 毫米范围的位移,其测量精度为  $\pm 100\text{pm}$ 。

1997 年 5 月,清华大学测试技术与仪器国家重点实验室与中科院同步辐射实验室合作,利用自己研制的 LLL 型 X 射线干涉器件在国内首次实现了 X 射线干涉,比较清楚地观察到 X 射线干涉条纹,为 X 射线干涉纳米测量技术的研究打下了基础。

## 4 影响扫描 X 射线干涉纳米测量技术的主要因素分析

为了分析在 X 射线干涉测量中各种因素产生的影响,我们利用光学光栅进行了动态模拟实验,并且在中科院同步辐射实验室成功地进行了 X 光干涉实验,结合 X 射线衍射动力学理论,我们对几个主要影响因素如分析器在移动过程中的参数变化等进行了分析。

分析器移动过程中角度和空间轨迹的变化对测量的影响很大,尤其是分析器绕 X 轴、Y 轴的旋转。分析器绕 Z 轴的旋转只影响接受信号的对比度,我们这里不作讨论。为了减少由于自身重量引起晶格的变形,晶格最好取竖直方向(图 5)。

### 4.1 分析器俯仰角(绕 X 轴旋转)对测量的影响

俯仰角  $\theta$  相当于分束器经镜子形成的虚光栅与分析光栅之间的夹角,  $\theta$  的改变直接影响莫尔条纹的宽度。莫尔条纹的宽度:

$$W = \frac{d}{\theta}$$

式中:  $d$  为(220)的晶面间距。

由于探测器只能响应它所接收的总光子量的变化,当它同时接收一条或几条条纹时,则不管条纹是静止还是移动,视场内的总光量不变,就没有交变信号输出;只有当探测器接收条纹宽度的一个窄带,则条纹移动时,亮度发生周期性变化,才有交变信号输出。这就要求输出的莫尔条纹必须有一定的宽度。取  $d$  为 0.2nm,当  $\theta$  为 5nrad 时,莫尔条纹的宽度为 4cm,如果再在探测器前加 1~2mm 的狭缝,就可保证得到输出的交变信号。所以俯仰角的变化一定要保持在 nrad 量级。

### 4.2 分析器侧滑角(绕 y 轴旋转)对测量的影响

如果分析器在移动过程中产生了侧滑角,相当于入射光的 Bragg 角发生了改变,因而直接决定着 Bragg 条件是否能够满足。我们对 Bragg 公式进行微分,并忽略晶面间距的微小变化得到:

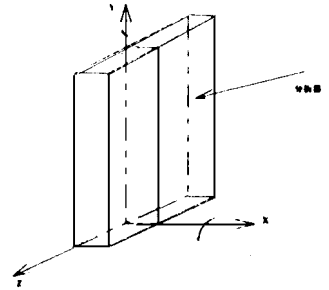


Fig. 5 Spacing posture of the analyser

$$\Delta\varphi = \frac{\Delta\lambda}{4d^2 - \lambda^2}$$

可见: 侧滑角与 X 光的单色性有关, X 射线的单色性稍差, 则侧滑角变化的允许范围可以放宽。取典型值  $\Delta\lambda = 10^{-4}\lambda$ ,  $d = 0.2\text{nm}$ ,  $\lambda = 0.07\text{nm}$ , 则  $\Delta\varphi \approx 3.6$ 。

#### 4.3 晶片表面粗糙度的影响

根据 X 衍射动力学理论, 可以推出

$$D_1 = A_0 \exp\{-2\pi ik[\delta_2 y_1 + \delta_2 x_1 - \delta_2(L + t_A)]\}$$

$$D_2 = A_0 \exp\{-2\pi ik[\delta_2 x_2 + \delta_2 y_2 - \delta_2(L + t_A)]\}$$

式中:  $A_0$  为信号的振幅,  $t_A$  为分析器的厚度。

则  $D_1$  和  $D_2$  的位相差:

$$\varphi = 2\pi k[\delta_2(y_1 - x_2) + \delta_2(x_1 - y_2)]$$

式中:  $\delta_1$  和  $\delta_2$  为常数, 其数量级为  $1 - n$  ( $n$  为晶体对 X 射线的折射率),  $1 - n$  大约为  $7.46 \times 10^{-6}$ ,  $k = 1/\lambda$ ,  $L$  为分束器与分析器之间的间距, 则  $D_1$  和  $D_2$  的合成振幅为:

$$A = 2A_0 \cos \frac{\varphi}{2}$$

可见, 两信号的位相差  $\varphi$  越小, 合成信号的幅值越大。设由于各个晶体表面的粗糙度引起的最大位相改变为  $2\pi/10$ , 则

$$k[\delta_2(Y_1 - X_2) + \delta_2(X_1 - Y_2)] \approx 1/10$$

这样, 晶体表面的粗糙度大约为  $(10^4 \sim 10^5)\lambda$ , 即  $1 \sim 10\mu\text{m}$  即可满足要求。但为了保证接收信号的对比度, 晶体表面的粗糙度要控制在小于  $1\mu\text{m}$ 。

#### 4.4 微动工作台的影响

由于分析器固定在微动工作台上, 随分析器微动工作台发生移动。因此, 微动工作台是测量系统的关键部分。根据以上理论分析: 要实现精密微位移测量, 分析器的俯仰误差要小于  $5\text{mrad}$ , 侧滑误差要小于  $5\mu\text{rad}$ ; 同时为了逐点测量采样点的光强值, 分析器的移动必须是步进而非连续的, 如果使用 (220) 晶面, 其晶面间距为  $0.192\text{nm}$ , 如果一个周期采样十个点, 则分析器移动的步长近似为  $20\text{pm}$ 。因此, 微动平台必须由精密柔性铰链机构, 最好是对称结构。驱动机构必须有良好的线性度和重复性, 如采用压电陶瓷结构, 必须进行修正和补偿。

#### 4.5 对测量环境的要求

为了保证分析器以  $20\text{pm}$  的步长移动, 沿该方向噪声振动的幅度一定要小于步长尺寸的十分之一, 必须采取隔振、隔声措施; 如果干涉仪部分和微动平台部分由两种材料制作, 由于其热膨胀系数的不同会使干涉仪产生无法预料的变形。因此, 必须对测量环境的温度进行监测, 根据国外的参数, 温度变化最好控制在  $0.01^\circ\text{C}$ ; 另外, X 射线在空气中由于散射会产生严重的本底噪声, 降低了接收信号的信噪比。因此, 系统最好放置在真空系统中。

## 5 结 论

通过对 X 射线干涉纳米测量技术原理及技术难点的分析, 找到了实现该技术的几项关键

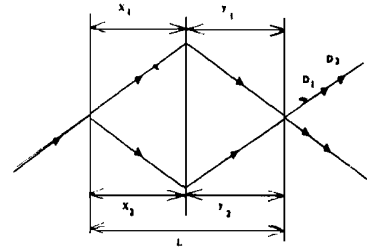


Fig.6 Beam distribution of the x-ray interferometer

技术:如硅单晶干涉仪的设计与加工,微动平台设计,系统必须有隔振措施,在晶体的衍射晶面方向振动的振幅要小于晶面间距等,为研制 X 射线干涉纳米测量系统打下了良好的基础。

### 参 考 文 献

- 1 Deslattes Richard D. Applications of X-ray interferometry. Precision Measurement and Fundamental Constants, NBS, Spec Publ, 1984. 617
- 2 Fujimoto Hiroyuki, et al. Absolute measurement of lattice spacing  $d(220)$  silicon crystal in floating zone. Jpn J Appl Phys. 1995, 34: 5065 ~ 5069
- 3 Bouse U, Hart M. An X-ray interferometer. Applied Physics Letter, 1965, 6(8): 155 ~ 156
- 4 Hart M. An angstrom ruler. J Phys D, 1968, 1: 386 ~ 388
- 5 Bowen D K, et al. Subnanometer displacements calibration using X-ray interferometry. Meas Sci Technol, 1990, 1: 107 ~ 109
- 6 Tanama M, et al. Experiment on the absolute measurement of a silicon lattice spacing at the NRLM. IEEE Trans. Instrum Meas, 1989, 38: 206 ~ 209
- 7 Basile G, et al. A combined optical and x-ray interferometer (COXI) for the calibration of high precision displacement transducers. The Metrology of Precision Machines, 1997, 52(10): 292 ~ 294

## Scanning X-ray Interferometry for Nanometer Measurement

WANG Lin, CAO Mang, LI Da-Cheng

(*State Key Laboratory of Precision Measurement Technology and  
Instruments of Tsinghua University, Beijing 100084*)

### Abstract

As an important technique in nanometer measurement, the fundamental principle and the latest development abroad of X-ray interferometry are introduced. Furthermore, the main factors that influence the technology in realizing nanometer measurement are analyzed.

**Key words:** Scanning X-ray interferometry, Nanometer measurement

王 林 男, 1989年毕业于哈尔滨工业大学应用物理系, 获光学专业硕士学位。1995年入清华大学精密仪器系攻读博士学位, 现从事 X 射线干涉纳米测量技术的研究。