

二维纳米光栅国际比对结果

石春英 钱进 谭慧萍 刘秀英 刘忠有 殷聪 蔡山

(中国计量科学研究院, 北京 100013)

摘要 随着纳米研究和纳米加工技术的发展,国际上越来越重视对纳米测量的有效性和溯源性。国际计量局(BIPM)尺度计量长度工作组(CCL-WGDM)长度咨询委员会先后提出并组织了5次纳米标准样板(NANO1~NANO5)的国际比对。NANO5比对是由丹麦基础计量技术研究院(DFM)主导的。该比对是从2005年1月开始,历时1年多结束。标准样板在12个国家计量研究院所间相互循环校准,形成三个有序的环。主导实验室DFM对比对数据进行了处理,其结果已于2008年7月底公布。比对结果证明中国计量科学研究院的纳米光栅测量装置与国际同行保持同等水平。

关键词 纳米计量;溯源;光栅衍射;二维光栅;国际比对;校准

中图分类号 O348.11

OCIS 050.1950 140.3460 260.1960

文献标识码 A

Results from National Institute of Metrology in NANO5 2D Grating Comparison

Shi Chunying Qian Jin Tan Huiping Liu Xiuying Liu Zhongyou
Yin Cong Cai Shan

(National Institute of Metrology, Beijing 100013, China)

Abstract With the development of nano-research and nano-manufacture, the validity and traceability have been emphasized around the world. the Discussion Group 7 (DG7) for Nanometrology under the Consultative Committee for Length's Working Group on Dimensional Metrology (CCL-WGDM) of the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) has presented and organized 5 international comparisons for nano-samples (NANO1~NANO5). The comparison was dominated by Danish Fundamental Metrology (DFM). The comparison began in January 2005 and lasted for more than one year. The standard sample was transferred in 12 countries to carry out in three sequential loops. The comparison data were processed by DFM and the results were announced in July 2008. The results prove that the equipment for measuring grating pitch of NIM is accordance with the international nanometrology measurement level.

Key words nanometrology; traceability; grating diffraction; 2D grating; international comparison; calibration

1 引言

纳米技术是由物理学、化学、生物学以及电子技术等多学科交叉形成的新兴学科,是21世纪的关键技术之一^[1]。由于纳米科技发展和加工精度将直接关系到一个国家的半导体加工工业和国防工业的发展,所以,谁拥有最先进的纳米计量技术,谁就有能力在精密加工、精确定位和半导体加工行业占有绝对的优势,也就是在国防工业发展上占有绝对的优势。而可靠的溯源方法是纳米加工和制造精准的保证,因此必须为纳米物质提供有效可靠的溯源^[2~5]方法和手段。

国际上非常重视纳米技术的溯源,为了保证纳米溯源的一致性,1998年1月在国际计量局(BIPM)的国际计量大会上,长度咨询委员会(CCL)讨论决定对5个不同类型的纳米样品在感兴趣的实验室间开展比对。其后,该委员会相继组织了线宽标准比对 NANO1,台阶高度标准比对 NANO2^[6],线纹尺标准比对 NANO3,一维纳米光栅比对 NANO4^[7]和二维纳米光栅比对 NANO5,共5次国际比对。

收稿日期: 2010-04-21; 收到修改稿日期: 2010-06-03

作者简介: 石春英(1965—),女,本科,副研究员,主要从事激光技术与长度计量等方面的研究。E-mail: shicy@nim.ac.cn

2 NANO5 国际比对

2.1 NANO5 国际比对的提出

NANO5 比对是在 2004 年 9 月 27~28 日在北京举行的尺度计量长度工作组(CCL-WGDM)第九次会议上宣布的。比对的主导实验室是丹麦基础计量技术研究院(DFM)。有 12 个国家计量研究所参加了该项国际比对。参加比对的样品有 2D1000 和 2D300 两种光栅样板。由于技术原因,这里只给出 2D1000 的测量和比对结果。

2.2 光栅样板

纳米光栅标准样板的制作方法有电子刻蚀、冷原子沉积^[7,8]。比对用的 2D1000 光栅标准样板是采用电子刻蚀方法制造的。

2D1000 光栅样板如图 1 所示,由 Ibsen 制造,2002 年交给 DFM 的。光栅上刻有生产商印制的产品标识 SN:A02114。样板是名义线距为 1000 nm 的二维垂直光栅;基底材料为单晶硅;栅格是二氧化硅;覆盖的导电层为铬钛层。

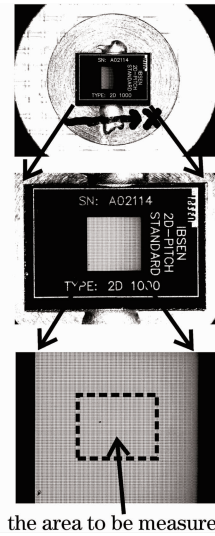


图 1 二维光栅比对样板图

Fig.1 2D grating standard on steel disk

3 光栅样板的测量

3.1 测量原理

采用光栅衍射法(OD)对二维光栅的线距和角度进行测量^[9,10]。测量所用仪器为自主研制的光栅衍射仪。根据反射光栅衍射原理,任意激光光束入射到光栅表面,将产生以 0 级反射为对称轴的不同级次的衍射条纹,其光栅方程为

$$P(\sin \theta + \sin \phi_K) = \pm K\lambda \quad (1)$$

即

$$P = \pm \frac{K\lambda}{\sin \theta + \sin \phi_K} \quad (2)$$

式中 P 为光栅线间距, θ 为入射角, ϕ_K 为第 K 级衍射的衍射角, λ 为入射光波长, $K=0, \pm 1, \pm 2, \dots$ 为衍射级次。

从(1)式可知,当激光波长已知时,对任意角入射的光束,如能测出入射角 θ 和衍射角 ϕ_K 便可计算得到光栅线间距 P 值。而在自准直衍射时,只要测出 Littrow 角 θ_L 便可根据其光栅方程得到 P 值。

如果光束以 Littrow 角入射,即符合自准直条件时,则衍射光束将与入射光束重合。这时光栅方程为

$$2P\sin \theta_L = \pm K\lambda, \quad (3)$$

即

$$P = \pm \frac{K\lambda}{2\sin \theta_L}, \quad (4)$$

为减少对准零次衍射即垂直入射时的误差,通常采取了读取正负级衍射角的方法(读数通常仅为 ± 1 级条纹),所以 K 为 $\pm 1, \pm 1$ 级间的角度为 Littrow 角的 2 倍。对应公式就应该是

$$P = \frac{\lambda}{2\sin(\theta/2)}, \quad (5)$$

3.2 测量装置简介

中国计量科学研究院长度量子基准实验室研制的纳米精度光栅线距检定装置(OD)于 2005 年 1 月通过鉴定,测量不确定度优于 0.1 nm,适于对线距为 300~3000 nm 的光栅进行检测和校准。

纳米精度光栅线距检定装置工作示意图如图 2 所示,激光器发射的激光经过小孔光阑,再经提升架将激

光提升到合适的高度,让光束中心经过衍射细丝,照射到位于轴心位置的固定于光栅固定架上的光栅的中心位置。

该装置通过光路折叠压缩整个装置所占面积,使之结构紧凑、稳定性好,并便于操作。测量前,先调整光栅面上的垂直轴线与角度盘的轴线重合。测量时,仔细调节光路,使激光经衍射丝照射到光栅上,再转动角度盘,使衍射光可以完全沿原入射光路返回。为减少对准零次衍射即垂直入射时的误差,采取了读取正负一级衍射角的方法。即 K 分别为 ± 1 ,因为正负一级间的夹角为 Littrow 角的 2 倍。对应的光栅线距计算公式就应该是(5)式。

为实现对二维光栅夹角的角度测量,对图 2 的光路和角度转台的光栅固定部分进行了改进。使激光照射到光栅上,经光栅沿 X 轴方向的刻线的衍射后,衍射斑投影到一个固定的指示屏上;转动转台,使激光经光栅沿 Y 轴方向的刻线的衍射后,投影到指示屏同一位置上,然后通过角度盘直接读出需要测量的角度。

3.3 光栅测量及测量结果的不确定度评定

利用图 2 装置对 2D1000 光栅传递标准的 X, Y 光栅线距和夹角进行了测量。测量使用的标准光源是一台经过计量检定的稳频 633 nm He-Ne 激光器,测量衍射角的是一个经过校准的标准角度盘。测量时,为了提高测量精度,实验人员采用多次往返读数的平均值作为结果,代入光栅方程中,并通过公式计算,得到 2D1000 的光栅线距和角度值。

测量是在 23 °C 的条件下进行的。根据已给条件,硅的膨胀系数为 $7.6 \times 10^{-6}/K$,最后结果已经将 X, Y 方向的线距修正为 20 °C 温度的对应值。

根据(5)式,实验人员分析了激光波长、角度盘读数、余弦误差、实验室温度变化等因素对测量值的影响,做了相应的误差分析和不确定度评估,测量结果如表 1,2 所示。

表 1 2D1000 光栅的 X, Y 方向线距平均测量值

Table1 Measured average pitch of 2D1000 grating

Direction	Nominal pitch p /nm	Measured average pitch \bar{p} /nm	Uncertainty (1σ) u_c /nm	Eff. deg. of freedom ν_{eff}
X	1000	1000.08	0.08	112
Y	1000	999.90	0.07	90

表 2 夹角平均测量值

Table 2 Measured average angle

Identification	Nominal angle α /($^{\circ}$)	Measured average angle $\bar{\alpha}$ /($^{\circ}$)	Uncertainty (1σ) u_c /($^{\circ}$)	Eff. deg. of freedom ν_{eff}
2D1000	90	89.997	0.031	36

4 2008 年 7 月主导实验室 DFM 公布的比对结果

NANO5 比对是依照 3 个连续的环开展的,光栅标准样板在 12 个国家计量研究所间相互循环校准。测量方法包括光栅衍射法和扫描探针显微镜法(SPM)^[11,12]。DFM 作为主导实验室,首先测量传递标准样品,然后把样品传递到下一个实验室。每个实验室有大约 1 个月的时间对样品进行校准测量工作。比对是从 2005 年 1 月开始,2006 年 4 月结束的。

比对结束后,DFM 根据国际比对相关规则,对于所有测量数据进行了处理,经处理后的第一稿(草案 A)返回参加比对的实验室,请其对自己的数据进行分析 and 确认,其中个别实验室对自己上交的部分数据进行了修改和调整。然后由 DFM 对确认后的数据再次进行处理,并于 2008 年 7 月底公布了最终比对结果。结果中,仍有少量数据或是由于实验室已知的误差从参考值中剔除,或是由于测量结果的计量比对一致性判别因子 En 值依然大于 1 而被忽略。所有比对参加者对比对结果都达成了一致。

二维光栅线距比对结果和角度比对结果分别如图 3 所示,其中横直线为参考值,圆点与其翅膀为各计量

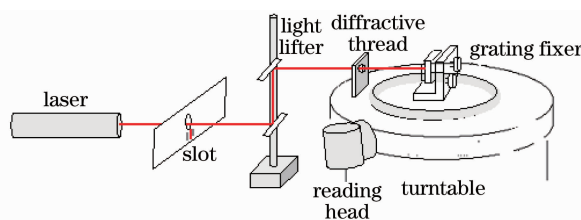


图 2 纳米精度光栅线距检定装置工作示意图
Fig. 2 Experimental setup for nano-scale grating pitch measurement

院测量结果和误差范围,较暗色表示该值在草案 A 公布后曾经修改或调整过。被圈出的为 NIM OD 的比对结果。

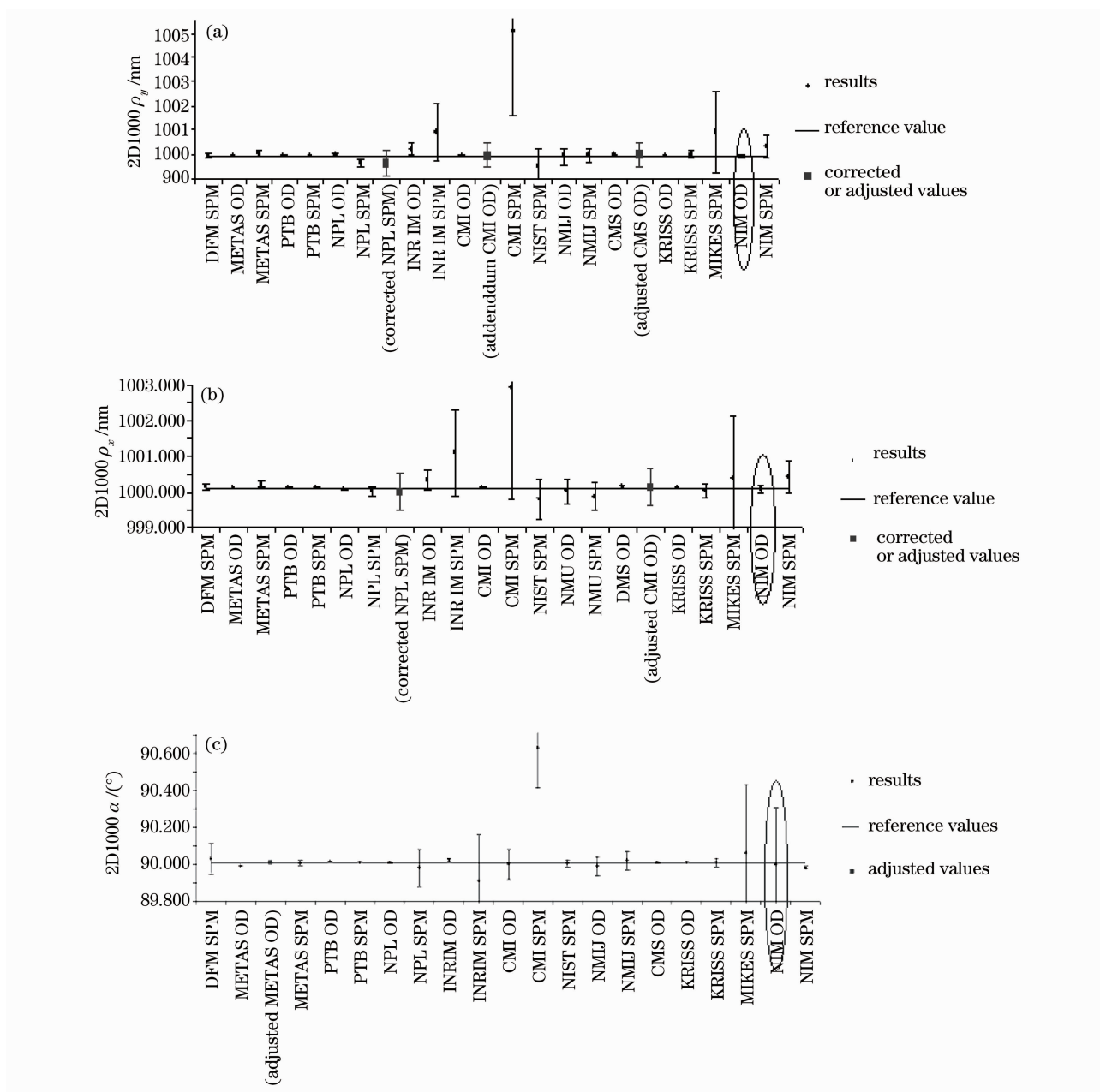


图 3 P_x (a), P_y (b) 和角度测量 (c) 结果及误差分布图

Fig. 3 Results for the pitch in the X-direction (a), Y-direction (b), and angle measurement (c).

The error bars are the reported combined standard uncertainties u_c .

比对分析了这次比对实验的误差源,使光栅间距和角度的测量在更高的精度上具有相容性和可靠性。NANO5 的最终报告(草案 B)作为辅助比对被采纳,比对结果已经被纳入 BIPM 关键比对和校准数据库(KCDB)附录 B。

5 比对结果讨论

根据比对结果可以看出,NIM OD 测量得到的光栅线距值与参考值非常接近,其不确定度也很小。表明 NIM 的光栅线距测量装置与国际同行水平一致。考虑到 NIM OD 角度测量误差比较大,测量技术细节还有待改进和提高。通过 NANO5 二维纳米光栅的国际比对,NIM 了解并跟踪了国际纳米测量的最新动

态,同时也为国内纳米光栅溯源提供了技术依据,对推进纳米测量的国际互认起到了积极的促进作用。

参 考 文 献

- 1 Robert Bogue. Nanometrology: a critical discipline for the twenty-first century[J]. *Sensor Review*, 2007, **27**(3): 189~196
- 2 Gaoliang Dai, Frank Pohlenz, Min Xu *et al.*. Accurate and traceable measurement of nano- and microstructures[J]. *Measure. Sci. Technol.*, 2006, **17**(3): 545~552
- 3 Sitian Gao, Hua Du, Minzhen Lu *et al.*. Traceable nano geometric structure measurement and international comparison[J]. *J. Nanoscience and Nanotechnology*, 2009, **9**(2): 692~697
- 4 Günter Wilkening, Ludger Koenders. Nanoscale Calibration Standards and Methods: Dimensional and Related Measurements in the Micro- and Nanometer Range[M]. New Jersey: Wiley-VCH, 2005. 48~59; 207~219
- 5 G. Dai, L. Koenders, F. Pohlenz *et al.*. Accurate and traceable calibration of one-dimensional gratings[J]. *Measure. Sci. Technol.*, 2005, **16**(6): 1241~1249
- 6 A. N. Korolev, V. I. Korotkov, A. Ya. Lukin *et al.*. Measurement of the step height in the nanometric range using a laser microinterferometer[J]. *Measurement Techniques*, 2005, **48**(4): 352~358
- 7 Zhang Wentao, Li Tongbao. Analysis of nanometrology and atom photolithography[J]. *J. Applied Optics*, 2006, **27**(3): 242~245
张文涛, 李同保. 纳米计量与原子光刻技术分析[J]. *应用光学*, 2006, **27**(3): 242~245
- 8 Zhang Wentao, Li Tongbao. Research on nanostructures fabricated by atom lithography with $\sim(52)\text{Gr}$ [J]. *Chinese J. Quantum Electronics*, 2007, **24**(1): 85~88
张文涛, 李同保. 52Cr 原子光刻制作纳米结构研究[J]. *量子电子学报*, 2007, **24**(1): 85~88
- 9 Gao Sitian, Shao Hongwei, Wang Chunyan. Precise measurement of nano-gratings and international comparison nano4[J]. *Acta Metrologica Sinica*, 2008, **29**(z1): 118~121
高思田, 邵宏伟, 王春艳. 纳米光栅栅距的精确测量与 nano4 国际比对[J]. *计量学报*, 2008, **29**(z1): 118~121
- 10 Tai Hyun Yoon. Diffractometric methods for absolute measurement of diffraction-grating spacings[J]. *Opt. Lett.*, 1999, **24**(2): 107~109
- 11 Ichiko Misum, Satoshi Gonda, Tomizo Kurosawa *et al.*. Uncertainty in pitch measurements of one-dimensional grating standards using a nanometrological atomic force microscope[J]. *Measure. Sci. Technol.*, 2003, **14**(4): 463~471
- 12 Jongahn Kim, Jae Wankim, Byong Chonpark *et al.*. Measurement of microscope calibration standards in nanometrology using a metrological atomic force microscope[J]. *Measure. Sci. Technol.*, 2006, **17**(7): 1792~1800