

# X 射线干涉仪实现扫描探针显微镜 样板线间距纳米测量\*

王 林<sup>1)</sup> 李达成<sup>1)</sup> 曹 芒<sup>1)</sup> 曹世志<sup>2)</sup> L. Koenders<sup>3)</sup> U. Kuertgens<sup>3)</sup> P. Becker<sup>3)</sup>

- 1), 清华大学精密测量技术及仪器国家重点实验室, 北京 100084
- 2), 中国计量科学研究院长度处, 北京 100013
- 3), 联邦德国物理技术研究院, 不伦瑞克 38116, 德国

**摘 要** X 射线干涉仪以非常稳定的单晶硅晶格作为长度单位, 可以实现亚纳米精度的微位移测量。提出了将 X 射线干涉仪和扫描隧道显微镜结合起来, 利用单晶硅的晶格尺度测量扫描探针显微镜样板节距的技术方案, 并进行了实验研究。

**关键词** X 射线干涉计量术, 纳米测量, 扫描探针显微镜传递基准, 扫描隧道显微镜。

## 1 测量扫描探针显微镜样板横向结构尺寸的意义

目前各种扫描探针显微镜(SPM)如扫描隧道显微镜(STM)、原子力显微镜(AFM)等应用范围日趋广泛, 它可直接实现对很多材料的纳米表面结构进行定性描绘。为了得到表面结构中精确的横向尺寸, 必须要对扫描探针显微镜传感器进行精确标定。目前通用的扫描探针显微镜标定方法是利用标准样板作为传递基准, 通过对标准样板进行测量实现扫描探针显微镜的标定。而标准样板由于吸附和原子重构等原因, 表面的结构尺寸也会发生变化<sup>[1]</sup>。因此, 标准样板结构尺寸的精密测量是标定扫描探针显微镜的前提条件。目前测量标准样板结构尺寸通常采用精密扫描隧道显微镜进行测量后再进行非线性修正的方法, 测量误差很大。

X 射线干涉仪利用稳定性为 $10^{-8}$ 的单晶硅晶格作为标尺实现微位移测量, 因而具有亚纳米测量精度。X 射线干涉仪(图1)包括三个平行且晶格方向完全一致的单晶硅晶片(分束器 S、镜子 M 和分析器 A), 当 X 射线以布拉格角入射到分束器 S 时, 根据 X 射线衍射动力学理论<sup>[2]</sup>, 它被分成两束相干光, 这两束相干光经过镜子 M 后又各自分成两束光, 其中的两束光在分析器处相交形成空间驻波场, 其周期等于所用晶格的晶面间距。

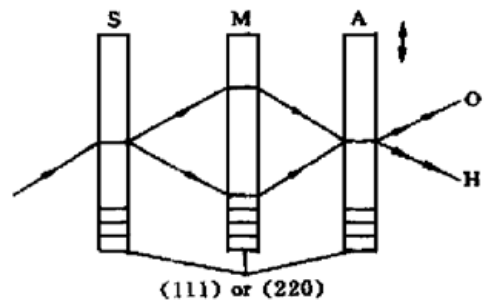


Fig. 1 Principle of X-ray interferometer

\* 国家自然科学基金(No. 59675079)及德国物理技术研究院资助项目。

收稿日期: 1999-05-25; 收到修改稿日期: 1999-07-12

再经过分析器衍射,在分析器后形成宏观的干涉条纹。当分析器 A 沿垂直于衍射晶面方向移动时,每移动一个晶格,干涉条纹就变化一个周期。通过计算移动的干涉条纹,乘以晶面间距,即可得到分析器移动的位移。

为此我们提出利用 X 射线干涉仪和扫描隧道显微镜相结合,由扫描隧道显微镜提供样板结构的高度信息, X 射线干涉仪提供样板横向结构尺寸信息,绝对精度可达原子量级,从而实现样板横向结构尺寸的高精度测量。该研究对于精确测量作为传递基准的标准样板结构尺寸,进而标定扫描探针显微镜具有非常重要的意义。

## 2 测量样板横向结构尺寸的关键技术

由于 X 射线干涉仪和扫描隧道显微镜分辨力均为原子量级,因此要求测量环境和系统具有很高的稳定性。为保证关键尺寸——扫描隧道显微镜探针和样板之间的间距——为纳米量级,系统必须解决两个关键技术问题:

1) 环境振动的影响。环境振动除了影响 X 射线干涉仪和扫描隧道显微镜的正常工作外,由于样板固定在 X 射线干涉仪的微动工作台上, X 射线干涉仪和扫描隧道显微镜的相对振动会直接影响扫描隧道显微镜样板和探针的间距,因此系统必须避免 X 射线干涉仪和扫描隧道显微镜的相对振动。

2) 环境温度漂移的影响。由于扫描隧道显微镜和 X 射线干涉仪以及机械结构是由不同材料组成的,材料的热膨胀系数差别很大,因此温度的漂移容易影响扫描隧道显微镜样板和探针的纳米量级间距。在测量环的结构设计上,必须进行温度补偿。

## 3 实现扫描探针显微镜样板横向结构尺寸测量的技术方案

扫描探针显微镜样板结构间距测量系统由 X 射线干涉仪、扫描隧道显微镜和机械结构组成[图2(a)],扫描隧道显微镜及 X 射线干涉仪通过机械结构上下放置。扫描探针显微镜样板固定在 X 射线干涉仪的微动工作台上并随之发生移动。扫描隧道显微镜为恒流工作模式[图2(b)],探针仅沿  $z$  方向扫描,隧道电流经电流-电压转换和对数放大后送入数字信号处理器中,与设定的隧道电流参考值进行比较,差值信号经数字-模拟转换后送入高压放大器中,通过比例积分电路对样板和探针间距进行自动调整,以保持样板与探针的间距恒定。因此,扫描隧道显微镜和数字-模拟输出信号实际上反映了样板结构的高度信息。当 X 射线干涉仪沿  $x$  方向扫描时,分析器和样板的横向位移可以单晶硅的晶格为单位精确测量出来。如果计算机

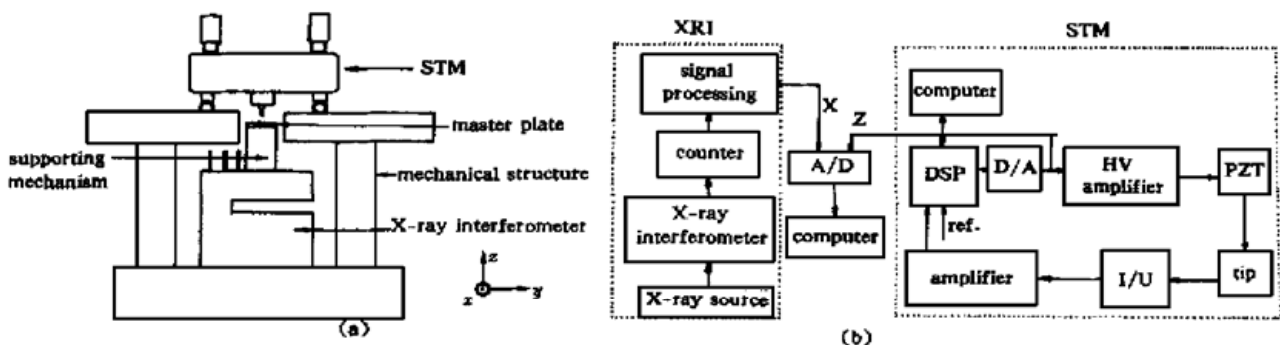


Fig. 2 Block diagram of pitch measurement system by X-ray interferometer and STM

同时采样扫描隧道显微镜和数字-模拟输出信号和 X 射线干涉信号, 即可准确测则通过计算样板两个相邻结构间对应的 X 射线干涉条纹的数量, 量样板结构的横向尺寸。

实验采用联邦德国物理技术研究院(Physikalisch Technische Bundesanstalt, 缩写为 PTB)研制的计量型扫描隧道显微镜测头及其控制系统, 实验表明: 在(20±0.1) °C 条件下, 该扫描隧道显微镜在样板没有结构的地方连续扫描50次, z 向偏差小于 0.5 nm, 具有良好的稳定性。X 射线干涉仪中分束器、镜子及分析器晶片的厚度尺寸设计为0.6 mm, 晶片之间的间距为19 mm, 衍射晶面选择 Si(220), 其晶面间距为0.192 nm。微动工作台和三晶片在同一块单晶硅上加工而成, 驱动器选择物理仪器公司(PI)的 P-249.20压电陶瓷器件作为微动工作台的驱动部件, 由计算机进行控制。

整个实验装置固定在气浮防振平台上, 以隔离来自地面的振动, 核心装置外采用三层隔离层以消除环境噪声。由于 X 射线干涉仪、扫描隧道显微镜及机械结构构成一个整体, 避免了相对振动。而由于测量环路由若干种材料组成, 每种材料的温度膨胀系数均不同, 必须通过在测量环中选取合适的材料进行温度补偿, 使扫描隧道显微镜探针与样板间距随温度的变化率最小。根据计算设计的测量环如图3所示(仅为对称结构的一半), 样板和探针间距随温度的变化率为0.8 nm/K, 测量环境中的温漂为2.2 mK/h, 对应的间距变化为1.76 pm/h, 而使用样板结构的高度为120 nm, 通过温度补偿使温度变化对测量环的影响可以忽略不计。

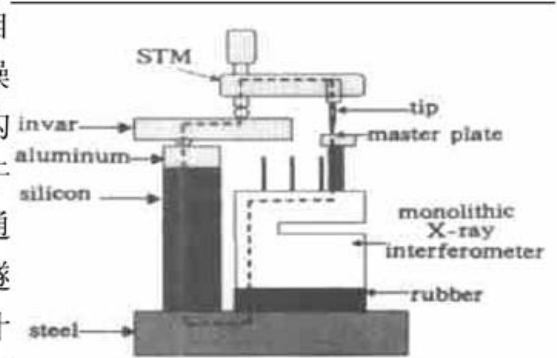


Fig. 3 Setup of the system measuring loop

### 4 测量结果及分析

#### 4.1 扫描隧道显微镜样板结构测量实验结果

实验选用的样板是在二维全息光栅上镀一薄层金而制成的, 样板横向尺寸为7 mm × 5 mm, 图4(a)为扫描隧道显微镜扫描得到的样板二维平面图, 图4(b)为其纵向截面图, 结构间距约为300 nm, 高度约为120 nm。可见样板在 x 方向分布不均, 在 y 方向分布比较均匀, 因此选择样板在 y 方向进行扫描。在计算机控制下, 微动工作台的扫描范围约为 1.5 μm, 驱动频长约为28.9 pm, 平均每个晶格可以采样7点。

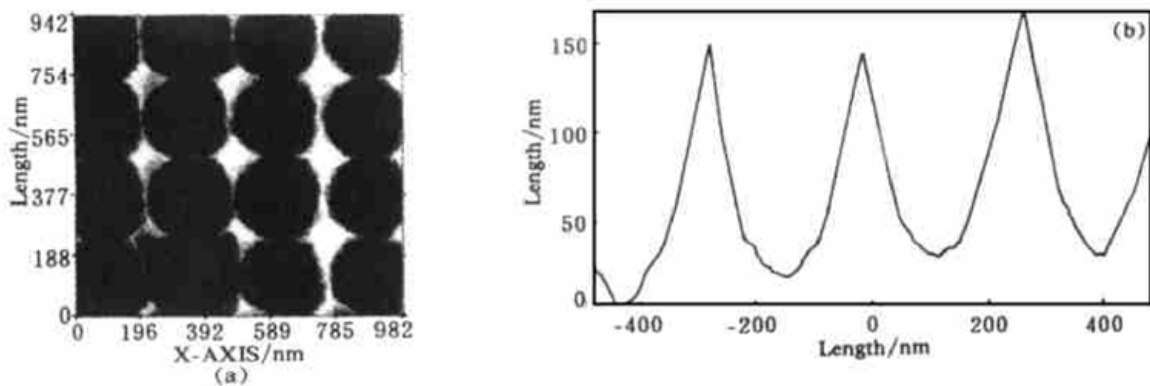


Fig. 4 Structure of the applied master

图5为微动工作台扫描时同时采集到的扫描隧道显微镜及相应的 X 射线干涉信号, 在图

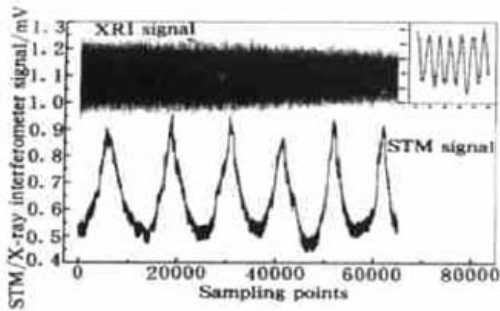


Fig. 5 Output signal of STM and X-ray interferometer

中上面为采集的 X 射线干涉条纹, 下面为同时采集到的扫描隧道显微镜信号, 右上角为干涉条纹的放大曲线。根据线性拟合方法确定每个结构的边界点, 通过计算相邻两个边界点间的 X 射线干涉条纹数目, 乘以(220)的晶面间距0.192 nm, 计算出样板横向结构尺寸。连续五次重复测量, 得到每个结构尺寸5次重复测量的平均值和标准差(表1)

Table 1 Measured data of SPM master pitch /nm

Measured value	Master pitch				
	1	2	3	4	5
$X_1$	298.146	309.068	296.428	302.769	305.838
$X_2$	297.657	308.383	297.742	304.832	304.667
$X_3$	298.592	307.072	298.888	304.832	304.128
$X_4$	297.146	308.304	297.874	303.769	306.285
$X_5$	296.256	309.120	296.064	305.184	304.800
Mean	297.359	308.389	297.399	304.277	305.143
Standard deviation	0.76	0.74	1.0	0.89	0.79

## 4.2 实验结果分析

我们首先从理论上分析由 X 射线干涉仪和扫描隧道显微镜以及机械结构组成的测量系统可能产生的几项测量误差:

### 1) X 射线干涉仪的误差

根据分析, X 射线干涉仪的误差取决于分析器移动的最小分辨力误差, 设每个晶格采样 10 点, 即最小分辨极限为 19.2  $\mu\text{m}$ 。

### 2) 扫描隧道显微镜的误差

取扫描隧道显微镜的 0.1 nm 横向分辨极限作为其误差估计值。

3) 样板由于偏离 X 射线干涉仪分析器的位置, 造成阿贝误差。设  $x$  方向偏离分析器中心 2 mm, 沿  $Z$  向偏离分析器中心 22 mm, 分别乘以分析器的侧滑角( $10^{-7}$  rad)和俯仰角( $10^{-8}$  rad), 得到  $x$  方向的阿贝误差为 0.2 nm, 沿  $z$  向的阿贝误差为 0.22 nm。

### 4) 样板的放置引入的误差

通常样板的摆放位置偏离理想方向大约  $1^\circ$ , 对每个结构引入的余弦误差为 0.045 nm。

### 5) 机械结构的变形带来的误差

扫描隧道显微镜放在自由伸缩的殷钢板上, 温度变化使钢板自由伸缩, 扫描隧道显微镜扫描头随之移动, 从而给测量带来误差。可以计算出由于横向膨胀, 每扫描 5 个结构, 扫描隧道显微镜头的横向漂移为 0.033 nm, 故平均每个结构由于扫描隧道显微镜扫描头的漂移而产生的误差为 0.007 nm。

在不考虑样板引入误差的情况下, 根据分析, 系统可能产生的误差为

$$\Delta L = \sqrt{0.0192^2 + 0.1^2 + 0.045^2 + 0.22^2 + 0.2^2 + 0.007^2} \approx 0.32 \text{ nm.}$$



但根据实际实验结果,通过对样板五个结构尺寸的重复性测量,其最大标准偏差为 1.0 nm(表 1),大于分析误差。其主要原因是测量误差中除以上几项误差外,还有源于样板本身的表面不规则和扫描隧道显微镜的噪声。样板表面不规则一方面是由于样板制作过程中形成的,另一方面,Au 表面为了达到能量最低和表面吸附等原因发生了重构,改变了样板表面的分布;另外,扫描隧道显微镜的输出信号中引入了电子随机噪声,这些因素造成每次测量的结构曲线略有差异,使直线拟合方法确定的边界点产生偏差,导致测量结构产生误差。

通过对扫描探针显微镜样板结构测量结构及误差进行分析表明:利用 X 射线干涉仪和扫描隧道显微镜相结合实现对扫描探针显微镜样板结构横向尺寸测量的方法是完全可行的,由于实验中使用的样板表面比较粗糙及扫描隧道显微镜的电子噪声,造成实际测量误差大于系统的理论分析误差。如果使用表面质量更好的样板,减小扫描隧道显微镜本身的噪声,并通过改进微动工作台的结构减小阿贝误差,可以进一步减小测量误差,以实现标准样板的高精度测量,为扫描探针显微镜的标定打下基础。

**致 谢** 本课题是在德国物理技术研究院完成的,该工作自始至终得到了中国计量科学院顾问赵克功教授关心与支持,并得到了 Mr. Schulze, Mr. Dettmer, Mr. Goretz 等人的大力协助,在此一并表示感谢。

### 参 考 文 献

- [1] Mendez J, Gomez-Herrero J, Pasc J I *et al.*. Diffusion of atom on Au(111) by the electric field gradient in scanning tunneling microscopy. *J. Vacuum Science & Technology (B)*, 1996, **14**(2): 1145~ 1148
- [2] Authier A, Lagomarsino S, Tanner B K. X-ray and neutron dynamical diffraction theory and applications. New York and London: Plenum Press, 1996. 370~ 372

## X-Ray Interferometry for Pitch Nanometer Measurement of SPM Master

Wang Lin<sup>1)</sup> Li Dacheng<sup>1)</sup> Cao Mang<sup>1)</sup> Cao Shizhi<sup>2)</sup> Ludger Koenders<sup>3)</sup>  
Ulrich Kuetgens<sup>3)</sup> Peter Becker<sup>3)</sup>

- 1), *State Key Laboratory of Precision Measurement Technology and Instruments, Tsinghua University, Beijing 100086*  
2), *Dimension Division, Chinese National Institute of Metrology, Beijing 100013*  
3), *Physikalisch Technische Bundesanstalt, 38116, Braunschweig, Germany*

(Received 25 May 1999; revised 12 July 1999)

**Abstract** X-ray interferometer, which takes silicon lattice spacing as length unit, can realize subnanometer displacement measurement. A scheme of pitch measurement of scanning probe microscope (SPM) master is presented by using silicon lattice scale and combining X-ray interferometer and scanning tunneling microscope (STM). The experimental results proved its feasibility.

**Key words** X-ray interferometry, nanometer measurement, scanning probe microscope transfer standard, scanning tunneling microscope