

引用格式:高志山,孙一峰,于颖彪,等.三维微结构显微干涉检测方法[J].电光与控制,2019,26(11):1-5.GAO Z S, SUN Y F, YU H B, et al. Detection method of 3D micro-structure based on microscopic interference[J]. Electronics Optics & Control, 2019, 26(11):1-5.

三维微结构显微干涉检测方法

Detection Method of 3D Micro-structure Based on Microscopic Interference

高志山, 孙一峰, 于颖彪, 袁群

(南京理工大学电子工程与光电技术学院,南京 210094)



高志山

高志山(1966-),博士,教授,南京理工大学光学工程学科(国家一级重点学科)博士生导师,中国光学学会理事,中国光学工程学会理事,入选国家科技奖专家库、国防军工计量项目专家库、国家自然科学基金专家库、重庆市自然科学基金专家库。主要从事光电智能仪器的研究与设计、空间目标模拟器、精密光学测试与仪器等方面的研究工作。作为负责人或主要参加人承担国家国防计量测试项目、国家重大仪器专项、国家自然科学基金、国家“八六三”各种项目 20 多项,近年来荣获国防科技进步一等奖 1 项、技术发明二等奖 2 项。在国内外核心刊物上发表研究性学术论文 50 余篇,拥有国家发明专利 26 项。2007 年荣获全国唯一的光学工程技术类“王大珩光学奖中青年科技奖”。2009 年作为主要组织人员撰写《现行光学元件检测与国际标准》,2010 年受聘为鸿篇巨著《光学手册》编委,并撰写“成像光学”部分。

基金项目:国家重大仪器专项资助课题(2013YQ150829);国家自然科学基金(61377015)

三维微结构在光陷阱、隐身与光场调控、超高压密封、人工生物材料等领域具有重要的应用价值。三维微结构的加工制造方法,包括激光直写、光刻、电子与化学蚀刻等先进制造方法发展迅速,其检测仪器有扫描电镜(SEM)、原子力显微镜(AFM)、激光共焦显微镜、低相干干涉显微镜,但这些检测仪器一直受到西方发达国家垄断。阐述国内在低相干干涉显微测量方法方面的研究进展,包括干涉显微镜的光学设计方法、装校流程、宽谱低相干干涉图处理与微结构形貌复原方法,并给出了不确定度评定结果。结果表明:仪器三维形貌合成不确定度为 0.9 nm,最大微结构轴向分辨率为 0.13 nm。

关键词: 三维形貌; 微结构; 干涉检测; 显微镜

中图分类号: O436 doi:10.3969/j.issn.1671-637X.2019.11.001

0 引言

三维微结构是一种在深度方向(一维)与横向(二维)同时存在尺度在微米或亚微米量级的纹理组织结构。典型的天然微结构实例,如荷叶表面的微米乳突和其上覆盖的微纳二元蜡质结构,这种结构形成了荷叶表面的疏水特征。三维微结构因特征尺度细微,在微光学(集成光学、光学超材料、微透镜)、微机械(摩擦副、机械密封、MEMS 器件)、微电子(芯片、闪存)、生物医药(人工生物材料、关节)等领域具有广泛的应用,显著地提高了系统与器件的光学与物理性能。德国卡尔斯鲁厄大学(KIT)采用化学相减法光刻胶,经激光直写设备制作了木柴堆状微结构,构成集成光学系统,其中,尺寸为 60 μm 的微透镜能耐受 3 W 的激光功率,在 100 nm 波长宽度内,保持常数耦合效率,借助于扫描电镜(Scanning Electron

Microscope, SEM),检测了木柴堆状微结构^[1-2];德国斯图加特大学采用双光子激光直写方法,制作了多透镜结构,尺寸只有 100 μm 左右,同样给出了多透镜结构加工完成后的 SEM 图像^[3];韩国首尔国立大学设计三层膜结构的快速闪存、低功率微机电系统,并经电子光束光刻机制作完成,利用 SEM 直观反映了微机电系统的制作效果^[4];西班牙巴塞罗那理工学院采用分子光束取向附生沉积法在硅片上制作了新型多功能微机电系统,自行搭建了数字全息显微镜,用于检测悬臂梁的位移^[5];美国麻省理工学院(MIT)采用硅微机电制造工艺^[6]制作了柔性、高深宽比 MEMS 器件,给出了能够表征该 MEMS 器件完整结构的 SEM 图像。微纳结构对光波作用的新现象与理论形成的一门科学,即微纳光子学,是 21 世纪主要发达国家高度重视的科学前沿,我国一些科研院所在 2015 年第 115 期“双

清论坛”上联合撰写学术综述“微纳光子学基础与应用研究”^[7]。在非光学领域,某大学采用 YAG-T80C 激光加工设备在 TC₄ 钛合金表面加工微结构^[8],期望改善钛合金种植体的生物相容性和化学骨性结合能力,并借助于光学显微镜监测加工参数与表面形貌的关系。某研究所采用 Speedy 300 fiber 光纤加工系统研究了激光功率、扫描速度时 TiN 薄膜加工的影响,借助于光学共聚焦和白光干涉多模式的显微镜检测加工后直线槽槽底的表面形貌^[9]。某研究院采用皮秒激光器加工微凹坑结构^[10],得出微结构可降低摩擦因数、延长摩擦寿命的结论,实验过程中,通过光学金相显微镜检测凹坑结构。

综上所述,微结构的检测方法通常有高精度的扫描电子显微镜(SEM)、视场受限的激光共焦显微镜、白光低相干干涉显微镜与直接成像的金相显微镜。其中,SEM 与激光共聚焦显微镜均需扫描而形成拼接视场;直接成像的金相显微镜,视场随物镜倍率增大而减小,但分辨率增大;白光干涉显微镜在横向视场依靠显微物镜的凝视视场,与金相显微镜相同,轴向(深度)依靠解算随轴向

位置变化的白光干涉条纹信息,具有亚纳米量级的轴向分辨率能够对三维微结构实现高精度快速测量。过去,我国研究机构对三维微结构的测量都借助于国外进口的 SEM、激光共焦显微镜与低相干干涉显微镜,而这些检测仪器被美国、欧盟等发达国家、组织垄断。在低相干干涉显微镜方面,近些年,国内出现了国产仪器,然而,其中的关键部件——干涉显微物镜,或者倍率较低,或者依靠进口,没有形成具有自主知识产权的自主可控仪器。

本文围绕三维微结构显微干涉检测仪器的关键技术开展了系列研究,包括长工作距 5^x,10^x,20^x 与 50^x 白光干涉显微物镜的光学设计、装校流程、白光干涉图处理与微结构形貌复原方法等关键技术,研制完成了宽光谱低相干三维微观形貌显微干涉测试仪。

1 基本原理与关键技术

1.1 基本原理

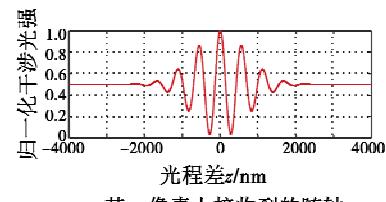
图 1 为宽谱低相干三维微观形貌显微干涉测试仪的光学系统原理图,主要有 4 部分组成:1) 宽谱低相干科勒照明系统,光源采用 LED 白光

光源;2) 干涉显微物镜,由显微物镜与干涉腔构成,具有 3 种原理结构,如图 1b 所示,低倍显微物镜采用迈克尔逊型(Michelson)、中等倍率采用米劳型(Mirau)、高倍采用林尼克型(Linnik);3) 干涉图采集与处理系统,其中,图像采集阵列器件可采用数字 CCD,空间像素为 1024 × 1024,灰度等级为 12 bit;4) 轴向微位移扫描装置,扫描分辨率为纳米量级,与干涉图采集系统配合,为移相算法或垂直扫描干涉图处理算法,提供相应的多幅干涉图像原始数据。

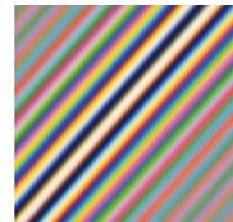
宽谱低相干干涉图光强函数表示为

$$I(z) = \int_{-\infty}^{\infty} p(k) \exp(-ikz) dk \quad (1)$$

式中: z 为轴向坐标,由轴向微位移扫描装置引起; $k = 2\pi/\lambda$,为光源光谱波数, λ 为中心波长。对于 CCD 靶面上每一个像素点,其光强随扫描位置的变化曲线如图 2a 所示, $z = 0$ 表示与参考臂等光程的轴向扫描位置。如果被测样品为超光滑表面,则 CCD 靶面上静态视场的干涉图样见图 2b。



a 某一像素上接收到的随轴向扫描位置变化的光强



b CCD 靶面静态视场干涉图(样品为超光滑表面)

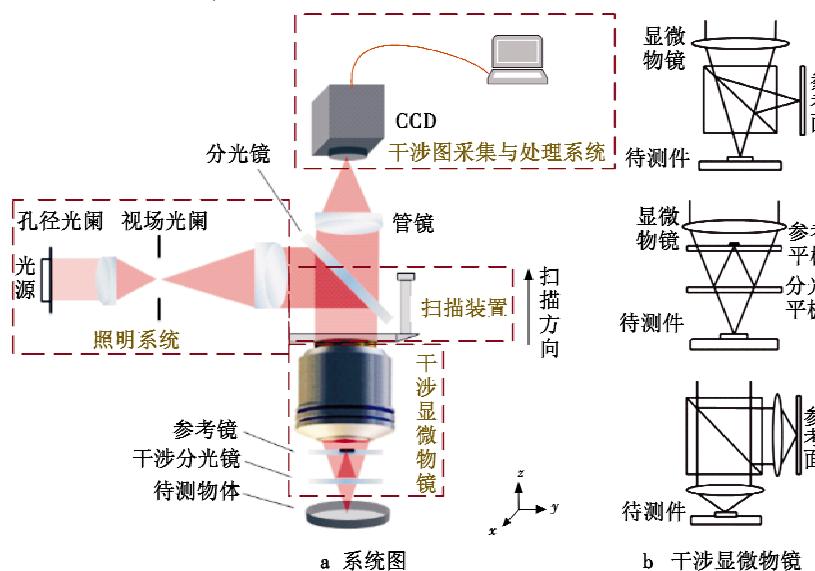


图 1 宽谱低相干三维微观形貌显微干涉测试仪光学系统图

Fig. 1 Optical system diagram of broad-spectrum low-coherence 3D microscopic morphology micro-interferometer

Fig. 2 Interference signal of white light

对于表面微观形貌起伏变化函数 $h(x,y)$ 小于 $\lambda/4$ 的情况,表面接近于光滑或超光滑,由移相法(Phase-Shifted Interferometry, PSI) 可以得到

表面微观形貌，即

$$h(x,y) = \left[\frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \arctan \left(\frac{I_{j+3} - I_{j+1}}{I_j - I_{j+2}} \right) \right] \cdot \frac{\lambda}{4\pi} \quad (2)$$

对于表面微观形貌起伏变化函数 $h(x,y)$ 大于 $\lambda/4$ 的情况，由垂直扫描算法或相干扫描算法 (Coherence Scanning Interferometry, CSI) 得到表面微观形貌，即

$$\begin{cases} h(x,y) = \left(\sum_{i=3}^{N-3} |M_i| \times i \right) / |M_i| \\ M_i = 3[4(I_{i+1} - I_{i-1})^2 + (I_{i-2} + I_{i+2} - 2I_i)^2]^{1/2} / (I_{i-2} + I_{i-1} + 2I_i + I_{i+1} + I_{i+2}) \end{cases} \quad (3)$$

式中： M_i 为第 i 幅图像的调制对比度，采用重心法处理由光强数据计算得到的对比度结果，得到的重心位置即 CSI 结果。

1.2 长工作距干涉显微物镜的光学设计

图 1b 中干涉显微物镜的组成形式是在显微物镜中加入干涉腔，因此显微物镜必须具有足够的工作距离，这样，保证加入干涉腔的干涉显微物镜仍具有满足使用要求的工作距离。

设计中，CCD 靶面大小为 1 in ($1 \text{ in} = 2.54 \text{ cm}$)，大于美国 Zygo 公司与 Vecco 公司通常用的 $2/3 \text{ in}$ ；干涉显微物镜的像差设计，需要控制场曲、畸变、轴向色差、垂直色差、球差、彗差的像差校正；选型上，一般采取正负光组组合，负组远离物方，达到增大物方工作距离的目标。图 3 分别给出了 $5^\times, 10^\times, 20^\times, 50^\times$ 倍率干涉显微物镜的设计结果平面

图，将它们与美国 Zygo 公司与 Vecco 公司同类产品物镜性能指标做比较，结果如表 1 所示。

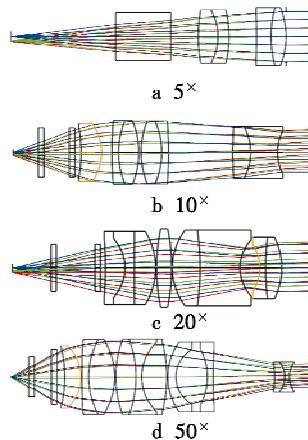


图 3 $5^\times, 10^\times, 20^\times, 50^\times$ 干涉显微物镜光学设计结果平面图

Fig.3 Layouts of $5^\times, 10^\times, 20^\times, 50^\times$ interference microscopic objectives

1.3 干涉物镜的装校方法与流程

由图 3 看出，倍率愈高，透镜的片数愈多，初次装夹固定不一定能得到满意的成像质量。干涉物镜的装校过程应该包含 2 步：1) 显微物镜的装校；2) 加入干涉腔的干涉物镜装校。

装校显微物镜时，需首先设计物镜的成像质量检测方案。本文采用星点检验，星点板上放置多个无序星点，具体制作方法：在一块类似于盖玻片的平板玻璃上洒入多个二氧化硅微球，直径分布 $\phi 2 \sim 19 \mu\text{m}$ ，通过胶质液体自然凝固后固定。将该星点板作为样品，让初装的显微物镜成像，成像视场如图 4 所示。

根据图 4 的星点像，能方便判断出初装物镜存在的像差种类。然

后据像差种类，结合光学设计结果分析，找到最敏感的元件位置，通过增减与修磨垫圈厚度与厚薄程度调校物镜，使之像质符合要求。

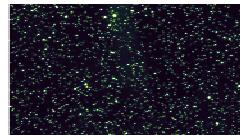


图 4 无序星点板星点像

Fig.4 Photo for the field of view of disordered star-point imaging

干涉物镜装校时，需要借助于干涉仪检测，完成干涉腔部件的加载，其调校流程如图 5 所示。

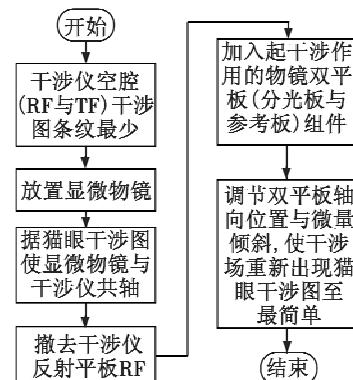


图 5 干涉物镜装校流程图

Fig.5 Flow chart of interference objectives setup and calibration

1.4 仪器软件

据微结构三维形貌复原算法，由多幅干涉图光强数据，能够得到微结构三维形貌，该过程经软件工程实现，软件界面如图 6 所示。软件主要模块包括：干涉图采集与预处理、轴向扫描与控制通讯、微观形貌复原与计算、三维形貌图像显示与打印。

表 1 与国外同类产品技术指标对比

Table 1 Comparison of the indicators with similar foreign products

Zygo/Vecco/本文	Zygo/Vecco/本文	Zygo/Vecco/本文	Zygo/Vecco/本文	
倍率	5^\times	10^\times	20^\times	
形式	Michelson	Mirau	Mirau	
数值孔径	0.13	0.30	0.40	
工作距/mm	9.3/9.3/15	7.4/7.4/7.4	4.7/4.7/4.7	
齐焦距/mm	56.5/45/45	56.5/45/45	56.5/45/45	
最大视场/mm × mm	1.41×1.06 (2/3 in CCD) 1.76×1.32 (2/3 in CCD) 2.54×1.92 (1 in CCD)	0.70×0.53 (2/3 in CCD) 0.88×0.66 (2/3 in CCD) 1.27×0.96 (1 in CCD)	0.35×0.26 (2/3 in CCD) 0.44×0.33 (2/3 in CCD) 0.64×0.48 (1 in CCD)	0.14×0.11 (2/3 in CCD) 0.18×0.13 (2/3 in CCD) 0.25×0.19 (1 in CCD)

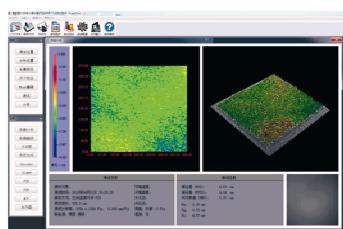


图 6 仪器软件界面
Fig. 6 Instrument software interface

2 不确定度评定

宽谱低相干三维微观形貌显微干涉测试仪作为三维微结构的检测仪器,其横向分辨率随选用的干涉物镜倍率不同而变化,其轴向分辨率由图像采集器件 CCD 的灰度等级决定,如灰度等级为 10 bit,具有 1024 灰阶,用于分辨一根条纹周期对应的轴向光程差为 $\lambda/2$,考虑到检测光由样品面反射,检测因子为 0.5,其分辨率能达到 $0.5(\lambda/2)/1024 = \lambda/2048$,如 $\lambda = 550 \text{ nm}$,则理论分辨率为 0.13 nm 。

三维微结构微观形貌轴向不确定度评定是国内评价检测仪器的重要指标。不确定度评定,分为 A 类与 B 类,再形成合成不确定度。A 类评定,采用对超光滑蓝宝石玻璃表面粗糙度 R_a 值进行 10 组(每组 10 次)测量计算,平均 R_a 数据 \bar{R}_a ,计算标准偏差作为不确定度 A 类评定分量 u_{Ar_a} ,数据结果见表 2, $u_{Ar_a} = 0.01 \text{ nm}$ 。

B 类评定的不确定度分量不用统计分析法,采用其他方法估计概率分布和理论计算结果,对误差源进行分析评定,对每一误差源,按照数学模型估算其标准方差(即认为误差源满足类正态分布),给出其引起的不确定度分量,主要分量如下。

1) 干涉显微物镜的标准面粗糙度不确定度引起的测量不确定度 u_1 。干涉显微物镜标准面,裸片表面粗糙度 R_a 不确定度为 0.2 nm , $u_1 = 0.2 \text{ nm}$ 。

2) 轴向扫描微位移分辨率引起的不确定度 u_2 。微位移扫描器件,采用 PZT 自反馈补偿原理,其位移分辨率为 1 nm ,则 $u_2 = 0.3 \times 1 \text{ nm} = 0.3 \text{ nm}$ 。

表 2 表面微观形貌测量不确定度的 A 类评定结果

Table 2 Uncertainty of surface microtopography measurement by Class A evaluation

测量组序号	表面形貌 R_a 测量平均值 \bar{R}_a	不确定度 A 类评定指标 u_{Ar_a}
1	0.37	0.01
2	0.37	
3	0.36	
4	0.35	
5	0.38	
6	0.41	
7	0.34	
8	0.34	
9	0.37	
10	0.38	
平均	0.37	

3) 轴向扫描微位移不确定度引起的不确定度 u_3 。通过用干涉仪测长法对 PZT 微位移的在线标定,其非线性度为 0.8%,据移相干涉算法可知,由 PZT 非线性引起的表面微观形貌不确定度 $u_3 = 0.8\% \times s$, s 为最大步长,仪器中 $s = 100 \text{ nm}$,因此 $u_3 = 0.8 \text{ nm}$ 。

4) 干涉显微光学系统光学质量引起的不确定度 u_4 。经干涉检测,干涉显微光学系统光学质量引起的不确定度标定后优于 0.1 nm (RMS),因此, $u_4 = 0.1 \text{ nm}$ 。

5) 表面微观形貌算法引起的测量不确定度 u_5 。采用计算机模拟随机分布颗粒表面的低相干干涉图,由算法恢复出三维形貌,通过模拟实验可知,微观形貌算法引起的不确定度 $u_5 = 0.1 \text{ nm}$ 。

合成不确定度为 $U_{Ra-RMS} = (\bar{R}_a^2 + u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + u_5^2)^{1/2} = 0.9 \text{ nm}$ 。

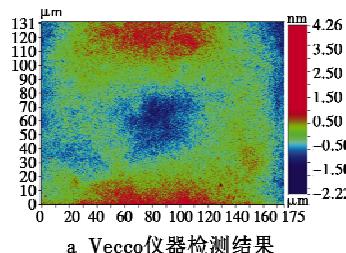
当包含因子 $k = 2$ 时,扩展不确定度 $u = k \cdot U_{Ra-RMS} = 1.8 \text{ nm}$ 。

3 典型样品的检测结果

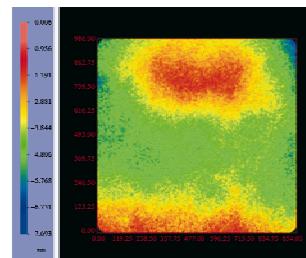
3.1 比对检测

使用宽谱低相干微观形貌干涉显微测试仪检测美国 Bruker-RM1722 样品,并与美国 Vecco 公司同类仪器

检测结果比对,检测结果如图 7 所示,二者微观形貌地形图与数据吻合一致。



a Vecco 仪器检测结果



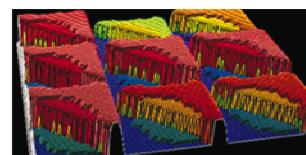
b 自研仪器检测结果

图 7 检测 Bruker-RM1722 样品的结果

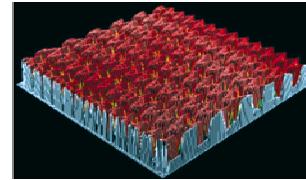
Fig. 7 Test results of Bruker-RM1722

3.2 其他典型微结构样品的检测

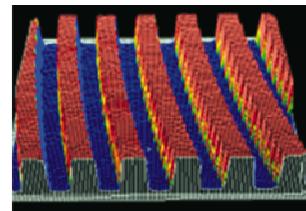
为验证仪器的检测能力,使用自研仪器分别检测了国内某研究所的微光栅(图 8a 所示)、某公司通过光刻制作的激光电视用扩散片微结构(图 8b 所示)、二元光学元件表面结构(图 8c 所示)、深孔 MEMS 器件(图 8d 所示)。可看出,表面微结构形貌清晰,周期结构锐度明显,数据准确。



a 某研究所的微光栅



b 激光电视用扩散片微结构



c 二元光学元件表面结构

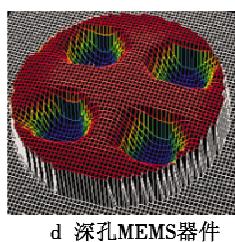


图 8 典型样品检测结果
Fig. 8 Test results of typical samples

4 结论

微结构能显著改变表面的光学与物理性能,形成一种新型功能材料。低相干显微干涉成像是轴向分辨率很高的微结构形貌非接触检测方法。本文阐述的关键技术与研制的宽谱低相干干涉显微测试仪,能够实现横向空间分辨率最大为 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ (对应 50^{\times} 干涉显微物镜,数值孔径为 0.6),纵向分辨率 0.13 nm ,当包含因子 $k=2$ 时,微观形貌测量扩展不确定度达到 1.8 nm 。今后,将研究 100^{\times} Linnik 型干涉显微物镜与 0.5^{\times} 大视场干涉物镜, 100^{\times} 物镜数值孔径接近 1.0 , 0.5^{\times} 物镜视场达 $\phi 50\text{ mm}$,

补全自主可控仪器的测量配置。

参 考 文 献

- [1] GRÄFE D, WICKBERG A, ZIEGER M M, et al. Adding chemically selective subtraction to multi-material 3D additive manufacturing [J]. Nature Communications, 2018, 9 (1) : 2788-2793.
- [2] DIETRICH P I, BLAICHER M, REUTER I, et al. In-situ 3D nano-printing of free-form coupling elements for hybrid photonic integration [J]. Nature Photonics, 2018, 12 (4) : 241-247.
- [3] GISSIBL T, THIELE S, HERKOMMER A, et al. Two-photon direct laser writing of ultracompat multi-lens objectives [J]. Nature Photonics, 2016, 10 (8) : 554-560.
- [4] SANG W L, PARK S J, CAMPBELL E E B, et al. A fast and low-power microelectromechanical system-based non-volatile memory device [J]. Nature Communications, 2011, 2 (1) : 220.
- [5] BHASKAR U K, BANERJEE N, ABDO LLAHI A, et al. A flexoelectric microelectromechanical system on silicon [J]. Nature Nanotechnology, 2015, 11 (3) : 263-266.
- [6] KHUDIYEV T, CLAYTON J, LEVY E, et al. Electrostrictive microelectromechanical fibres and textiles [J]. Nature Communications, 2017, 8 (1) : 1435-1449.
- [7] 袁小聪,余思远,孙洪波,等.微纳光学基础与应用研究——第 115 期“双清论坛”学术综述[J].中国基础科学,2015,17(3):12-19.
- [8] 门博,万熠,张蕊,等.钛合金表面微结构激光加工及参数优化[J].工具技术,2015,49(1):17-20.
- [9] 王怀斌,赵春阳,孙艺嘉,等.TiN 薄膜微结构激光加工特性的研究[J].航空精密制造技术,2017,53 (3):12-15.
- [10] 郝丽春,孟永钢.微凹坑织构皮秒激光加工及摩擦磨损性能[J].机械工程与自动化,2017(1):1-3.

Abstract: The 3D micro-structures have important application value in the fields of optical trap, stealth and light field regulation, ultra-high pressure sealing and artificial biological materials. Advanced manufacturing methods for 3D micro-structures, including laser direct writing, photolithography, electronic and chemical etching, are rapidly developing. The detectors of Scanning Electron Microscopy (SEM), Atomic Force Microscopy (AFM), laser confocal microscopy, and low-coherence interference microscope are used, but these instruments are monopolized by foreign countries. This paper describes the research progress in low-coherence interference microscopy in China, including the optical design method of interference microscope, the assembly process, the wide-spectrum low-coherence interferogram processing and the micro-structure restoration method, and the evaluation of the uncertainty is given. The results show that the combined uncertainty of 3D morphology of the instrument is 0.9 nm and the maximum micro-structure axial resolution is 0.13 nm .

Key words: 3D topography; micro-structure; interference detection; microscope