

基于X射线掠射法的纳米薄膜厚度计量与量值溯源研究*

崔建军^{1)2)†} 高思田²⁾

1) (精密测试技术及仪器国家重点实验室(天津大学), 天津 300072)

2) (中国计量科学研究院, 北京 100013)

(2013年10月14日收到; 2013年11月30日收到修改稿)

为了实现纳米薄膜厚度的高精度计量, 研制了可供台阶仪、扫描探针显微镜等接触测量的纳米薄膜样片, 研究了X射线掠射法测量该纳米薄膜样片厚度的基本原理和计算方法, 导出了基于Kiessig厚度干涉条纹计算膜层厚度的线性拟合公式, 并提出了一种可溯源至单晶硅原子晶格间距和角度计量标准的纳米膜厚度值溯源方法, 同时给出了相应的不确定度评定方法. 实验证明: 该纳米薄膜厚度 H 测量相对扩展不确定度达到 $U = 0.3 \text{ nm} + 1.5\%H$, 包含因子 $k = 2$. 从而建立了一套纳米薄膜厚度计量方法和溯源体系.

关键词: 纳米计量, 纳米薄膜厚度, X射线掠射, 厚度计量

PACS: 06.20.-f, 06.30.Bp, 01.50.Kw, 02.10.Ud

DOI: 10.7498/aps.63.060601

1 引言

纳米薄膜通常指膜层厚度在几纳米至几百纳米范围内的薄膜材料, 是一类具有广泛应用前景的纳米材料, 它的性能优良与否往往与其厚度有直接的关系, 因而纳米薄膜厚度的精确测量有十分重要的意义. 目前用于测试纳米膜厚的技术方法较多, 例如通过扫描电子显微镜、光学椭偏仪、X射线分析方法和电子能谱等技术^[1-8]. 相对而言, X射线分析方法不仅能够分析纳米薄膜的厚度信息, 并且可以间接得到界面粗糙度、材料电子密度、甚至保活膜层材料的晶体结构和应力状态等丰富信息^[9], 特别是X射线掠射法(GIXRR)因为其测量过程简单方便, 不损坏被测膜层, 并且具有极高的测量重复性, 被认为是纳米膜厚计量的最佳测量方法^[10-13]. 但是由于具体的物理模型和计算方法复杂, 直接采用传统方法测量, 不确定度评定存在困难^[14,15].

目前美国国家标准技术研究院(NIST)、日本

工业研究院(AIST)、德国物理技术研究所(PTB)等相关的计量研究机构, 对X射线技术测量纳米膜厚进行了研究, 包括纳米薄膜厚度的量值溯源途径以及具体测试方法, 甚至包括纳米薄膜厚度标准片的研制^[16-18]. 但该领域仍然存在一些技术问题需要进一步研究. 因此, 国际上致力于研究先进材料测试和评价方法标准化的“先进材料和标准凡尔塞计划”(简称VAMAS)曾组织十多个国家的研究单位开展GIXRR测定纳米膜厚度的研究, 并开展了测量重复性的比对实验^[19]. 由于X射线测量纳米膜厚度, 本身就有很多具体的方法, 例如X射线的衍射、散射、反射等分析方法, 其基本物理模型也非常多, 尽管测量结果十分相近, 但通过各种理论模型得到的纳米厚度也不尽相同^[20,21]. 国内外都有研究者进行过各种纳米薄膜厚度测量方法的比较研究. 例如中国计量科学研究院和清华大学在研究Avogadro常数测量时, 对光谱椭偏仪和GIXRR测量纳米级 SiO_2 薄膜厚度进行了深入研究, 并认为

* 国家自然科学基金重点项目(批准号: 91023021)、中国计量科学研究院项目(批准号: AKY0703)及(批准号: 24-JB1104)、浙江省重中之重学科基金和浙江理工大学机械设计及理论重点实验室开放基金(批准号: ZSTUMD2012A005)资助的课题.

† 通讯作者. E-mail: cuijj@nim.ac.cn

GIXRR 与光谱椭偏仪相比较, GIXRR 具有直接至溯源 X 射线波长的特点 [22-26]. 而 GIXRR 的数学分析方法, 也基于 X 射线的 Kiessig 干涉条纹峰值分析方法的 Fourier 分析法以及反射率全拟合等方法 [27-30]. 关于这几种分析方法的精度评定仍然需要研究.

为了解决纳米膜厚度计量领域存在的相关问题, 从而建立纳米膜厚计量溯源体系, 本文研究了 GIXRR 在纳米薄膜厚度计量领域的应用, 包括研制了可供台阶仪、扫描探针显微镜等接触测量方式的纳米膜厚标准样片, 开展了基于该膜厚标准样片的 GIXRR 的膜厚计算方法的精度评定研究; 同时提出了基于该方法的计量溯源途径, 即将纳米薄膜厚度量值溯源至自然界稳定存在的单晶硅的原子晶格间距和国家级相关的计量基标准; 最后提出了一种基于 Kiessig 干涉条纹的 GIXRR 测量纳米厚度的不确定度评定方法, 该方法通过建立拟合直线, 并计算拟合直线的线性度得到了纳米薄膜厚度的测量不确定度, 区别于国内外现有各种关于 GIXRR 测量纳米薄膜厚度的传统的粗略式不确定度评定方法 [29,30], 解决了以往面对同一测量实验得到不确定度非常不同的问题. 所得结果完善了关于纳米薄膜厚度计量的精度评定技术.

2 X 射线掠射模型

2.1 测量原理

GIXRR 也称低角度 X 射线反射法, 它依据 X 射线镜面反射和漫反射理论, 利用纳米薄膜层对 X 射线的吸收和在界面的反射效率曲线进行薄膜厚度分析. 当 X 射线以一定入射角投射在材料表面上, 会发生界面反射. 如果材料表面有纳米级的薄膜覆盖, 那么经过此表面的 X 射线镜面反射效率随着反射角的变化而变化, 并且 X 射线反射强度会形成周期振荡的 Kiessig 条纹. 通过分析具有 Kiessig 条纹的 X 射线反射率的特性, 可以分析出材料表面薄膜的厚度 [31].

依据 Fresnel 公式, 在理想的镜面基底上沉积各向同性的单层薄膜, 薄膜的反射率可表示为

$$R = \left| \frac{r_1 + r_2 e^{-2ik_0z d}}{1 + r_1 r_2 e^{-2ik_0z d}} \right|^2, \quad (1)$$

其中 r_1 和 r_2 分别是薄膜上下表面的反射系数, k_{0z} 是 X 射线透射矢量在垂直于样品表面的分量, d 是薄膜的厚度. 当反射率出现峰值时有, $e^{-2ik_0z d} = 1$.

设第 m 个峰位对应的入射角为 θ_{Im} . 此时它的物理意义是同一束 X 射线分别经过薄膜表面的反射光, 与其折射后进入薄膜, 又在基底界面发生反射后的折射光, 二者的光程差等于 m 倍的 X 射线波长, 汇合后相位相等.

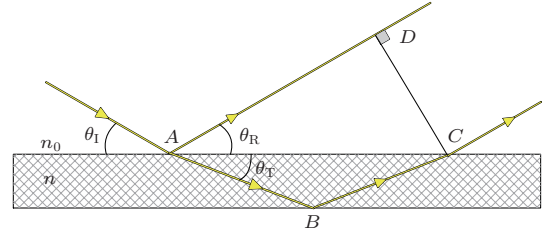


图1 GIXRR 原理

如图 1, θ_{Im} 为入射角, θ_{Rm} 为薄膜表面的反射角, θ_{Tm} 为薄膜对应的折射角, n_0 为 X 射线在空气中的折射率 ($n_0 = 1$), n 为 X 射线在薄膜中的折射率, d 为薄膜厚度, 则有

$$m\lambda = (\overline{AB} + \overline{BC})n - \overline{AD}n_0, \quad (2)$$

$$d = \frac{1}{2} \overline{AC} \tan(\theta_{Tm}). \quad (3)$$

设 θ_c 是 X 射线全外反射的临界角. 则有

$$\frac{n}{n_0} = \frac{\cos(\theta_{Im})}{\cos(\theta_{Tm})} = \cos(\theta_c). \quad (4)$$

介质对 X 射线的折射率为

$$n = 1 - \delta - i\beta, \quad (5)$$

δ 为色散项, β 为色散项, 且有

$$\delta = \frac{\lambda^2 r_e}{2\pi} \sum_j N_j (f_j^0 + f_j^1), \quad (6)$$

$$\beta = \frac{\lambda^2 r_e}{2\pi} \sum_j N_j f_j'', \quad (7)$$

r_e 是经典电子半径, N_j 是薄膜材料的原子密度, f_j^0 是 X 射线的原子散射因子, f_j^1 和 f_j'' 是原子异常散射因子的实部和虚部. 对于低角度反射测量 $\sum_j N_j$, $f_j^0 \approx Z$, Z 为元素的原子序数, 材料的电子密度 $\rho = \sum_j N_j Z_j$. 理论计算, δ 约为 $10^{-4} - 10^{-5}$, β 约为 $10^{-6} - 10^{-8}$, 实际应用中由于实际材料的不均匀性, 可近似为 $n = 1 - \delta$, 且有 $\cos(\theta_c) = 2\sqrt{\delta}$, 它与 X 射线波长和薄膜材料的电子密度有关.

联立上面各式, 得

$$2d\sqrt{\sin^2(\theta_{Im}) - \sin^2(\theta_c)} = m\lambda. \quad (8)$$

为了表达方便, 将 θ_{1m} 简写为 θ_m , 则得到

$$\left(\frac{m\lambda}{2d}\right)^2 = \sin^2(\theta_m) - \sin^2(\theta_c), \quad (9)$$

因此, 可以采用此式计算纳米薄膜厚度.

2.2 测量装置

采用商用的 X 射线衍射仪 (XRD) 可以实现 GIXRR 法进行纳米薄膜厚度的测量, 它主要由 X 射线发射管、精密测角仪、五轴样品台、信号探测器、光学系统、仪器控制系统、分析处理软件等组成, 具体见图 2. 其中光学系统主要包括准直弯晶等组成的入射光学系统和平板准直器等组成的接收光学系统.

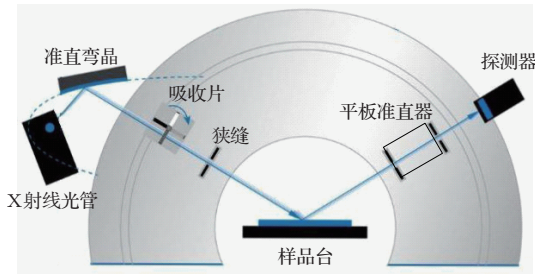


图 2 GIXRR 测量装置原理图

X 射线发射管固定不动, 测量采用的 X 射线为铜靶 $K\alpha_1$ 的特征射谱线, 五轴样品台能够分别沿着水平方向 X , Y 和高度 Z 方向做平移运动, 沿尤拉环道做 ϕ 运动, 绕测角仪中心 Z 轴做 w 旋转运动, 和绕 Z 轴做 φ 旋转运动; 信号探测器可以绕测角仪中心 Z 轴做 2θ 旋转运动. GIXRR 测量时, 采用 w - 2θ 模式进行反射率测量.

2.3 计算方法

实际计算中可以参考 (1) 式进行反射率拟合, 计算纳米薄膜的厚度、材料电子密度和界面粗糙度信息; 或者对反射率曲线进行 Fourier 变换处理, 通过分析 Fourier 的频谱得到纳米薄膜的厚度信息; 或者直接对 Kiessig 条纹的峰位进行分析, 计算纳米薄膜厚度, 其测量模型的物理学依据具有一致性.

为了讨论测量精度问题, 对 (9) 式进行变量代换, 令 $y_m = \sin^2(\theta_m)$, $b = \sin^2(\theta_c)$, $x_m = m^2$, $m = 1, 2, \dots, N$. 因此得到

$$y_m = \left(\frac{\lambda}{2d}\right)^2 x_m - b, \quad (10)$$

依据 (10) 式, 只要得到系列峰位角 θ_m 的数值, 通过线性拟合计算, 即可算出纳米薄膜的厚度. 以测量 32.76 nm 的 Pt 薄膜为例, 原始测量结果的对数曲线见图 3.

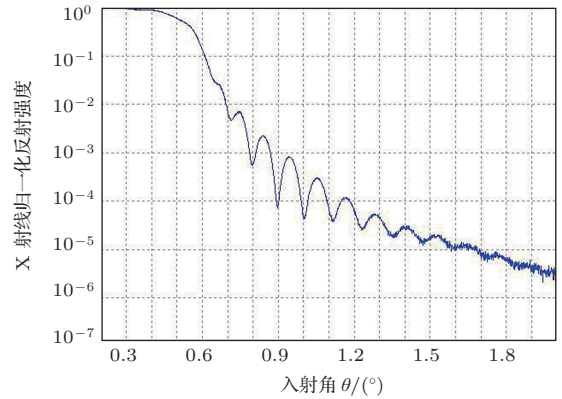


图 3 Pt 薄膜的 GIXRR 反射率曲线

在图 3 的反射率曲线上选取一系列峰位角 θ_m 并记录对应的干涉级次 m , 由于 $m = 0$ 和 $m = 1$ 时条纹不清晰, 分析时取 $m = 2, 3, 4, \dots, N$. 峰位角 θ_m 的选取直接影响膜厚测量结果的准确性, 通常可采用曲线放大观察法, 或者在峰值区域选择局部数据进行峰形拟合, 从而得到峰位角. 对于反射峰较弱的情形, 可以先对反射率曲线进行滤波, 然后可以选择采用各种寻峰算法进行分析, 例如文献 [29] 提出采用 Savitzky-Golay 算法提高峰位角选择的准确性, 文献 [22] 提出一种基于反射率导数函数的峰位选择法, 使得峰位角更易于识别. 当得到系列的峰位角后, 即可得到 $N - 1$ 组 (x_m, y_m) 数据, 然后对其进行线性回归分析, 采用最小二乘法得到回归直线方程为

$$y = ax - b, \quad (11)$$

a 为回归直线的斜率, 且有

$$\left(\frac{m\lambda}{2d}\right)^2 = am^2 = ax. \quad (12)$$

从而得到膜厚测量的表达式为

$$d = \frac{\lambda}{2\sqrt{a}}. \quad (13)$$

对坐标数组 $(x_m, y_m) m = 2, 3, \dots, N$, 做图分析, 并采用最小二乘法进行线性回归, 见图 4.

其中有:

$$a = \frac{S_{xy}}{S_{xx}} = \frac{(N-1) \sum x_m y_m - \sum x_m \sum y_m}{(N-1) \sum x_m^2 - (\sum x_m)^2}, \quad (14)$$

$$S_{xx} = \sum x_m^2 - \frac{1}{(N-1)(\sum x_m)^2}, \quad (15)$$

$$S_{xy} = \sum x_m y_m - \frac{1}{(N-1)} \sum x_m \sum y_m. \quad (16)$$

图3和图4的实验分析见表1.

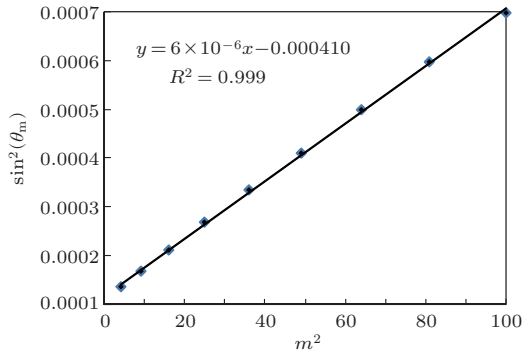


图4 膜厚标准片的回归直线

表1 薄膜厚度的计算

衍射峰	CuKα ₁ 波长 λ = 0.15406 nm		
级次 m	$x_m = m^2$	$2\theta/(\circ)$	$y_m = \sin^2(\theta_m)$
2	4	0.668	0.00013592
3	9	0.743	0.00016815
4	16	0.837	0.00021339
5	25	0.942	0.00027028
6	36	1.049	0.00033516
7	49	1.161	0.00041054
8	64	1.280	0.00049900
9	81	1.400	0.00059693
10	100	1.515	0.00069900
膜厚/nm	32.77		

3 纳米薄膜厚度标准片

3.1 标准片设计

为了分析和验证测量方法的准确性和合理性,设计了系列厚度的校准样板,样板能够检验原子力显微镜 (AFM) 和 GIXRR 等仪器测量膜厚的测量能力,便于研究不同测量方法及仪器之间测量膜厚

的准确性和一致性.

膜厚片制作时,选择平整度和粗糙度很小的单晶硅抛光片,经微电子掩模工艺制成可供 AFM 等仪器测量的图案,然后利用物理气相沉积 (PVD) 技术制成厚度均匀的纳米薄膜,薄膜的材料选用镍铬合金和铂金属等,厚度范围从 5 nm 至几百纳米.

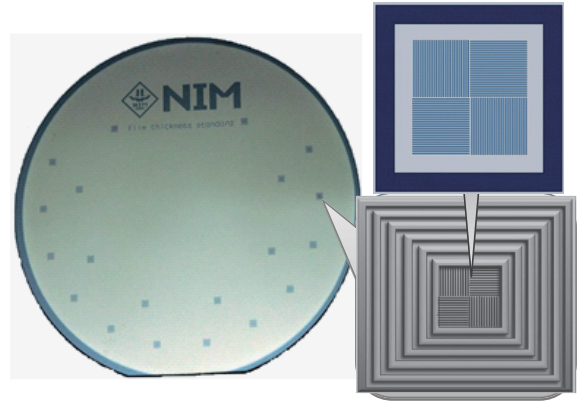


图5 纳米膜厚标准样片及微区结构

如图5在膜厚片上圆周分布了薄膜膜层形成的沟槽,用于校准测量台阶高度的接触式测量仪器.每个沟槽结构均为 2 mm × 2 mm 的正方形,并由多个线宽为 100 μm 的同心正方形图案嵌套而成,用于触针较大的轮廓仪、台阶仪等仪器的校准使用,也为 AFM 等针尖较细的仪器寻找待量微区起到标记作用.

沟槽中心是 100 μm × 100 μm 的方形区域,依据刻线方向又分成四个微区,每条刻线宽度为 1 μm,刻线间距也为 1 μm.中心位置为 AFM 测量该膜层厚度时,选择某一微区进行测量即可.

3.2 厚度测试

将制作的膜厚片和美国 VLSI 标准公司 SiO₂ 膜厚片分别在 AFM, XRD, 台阶仪, 光学椭偏仪上进行比较测试,测量结果见表2.

表2 不同测量方法的结果比较

测量方法	膜厚片的厚度测量值/nm						
	Cr-Ni	SiO ₂	Cr-Ni	SiO ₂	Cr-Ni	Cr-Ni	SiO ₂
GIXRR	6.1±0.2	24.5±0.3	46.6±0.4	54.2±0.3	85.8±0.6	94.4±0.5	104.6±0.8
AFM	5.8±1.0	24.3±1.0	46.1±1.2	54.3±1.5	86.3±2.0	93.8±2.4	103.9±1.9
椭偏仪	—	24.3±0.4	—	54.2±0.5	—	—	104.8±0.5
台阶仪	8.3±1.5	23.6±1.5	42.5±2.0	54.4±1.7	83.2±2.0	91.4±1.8	106.6±2.0

测量结果的分散性用2倍标准偏差表示. 由表2可知, GIXRR具有更小的测量重复性. 需要说明的是, 每种仪器由于测量方法和测量仪器自身的属性和特点, 存在或大或小的系统误差和随机误差, 而测量重复性仅是测量结果中随机误差的大小, 而测量值是真值的估计, 它还应当包括系统误差引入的不确定度, 特别是测量方法和原理完全不同的仪器测量同一个被测物, 其测量结果的精度分析研究在纳米级尺寸测量方面十分重要.

4 量值溯源

对于纳米膜厚采用不同仪器进行测量, 其溯源方法和途径会有所不同. 实现纳米薄膜的膜厚的量值溯源, 则需要膜厚测量仪器能够溯源. 目前能够通过计量型AFM测量纳米膜层形成的台阶高度来实现纳米薄膜厚度的溯源, 其溯源精度取决于AFM的精度和被测样板的质量. 通常使得被测样板厚度的能够测到不确定度为几个纳米已是十分困难, 这难以满足当前半导体微电子等信息产业的工艺检测要求. 为此提出采用GIXRR实现纳米膜厚计量的量值溯源.

在XRD上实现X射线掠射法膜厚测量, 依据测量(9)式, 测量结果主要与X射线波长和XRD的测角精度有关, 下面分别展开分析.

4.1 角度溯源

GIXRR膜厚测量是基于XRD系统, 采用低角度掠射配置测量膜厚, 为此, 对XRD的测角系统进行校准和溯源. 膜厚测量准确度的角度因素主要是样品台的 w 运动和探测器的 2θ 运动的准确度, 测角系统的其他运动自由度主要用于测量状态的调整, 经过精密调整, 对测量准确度的影响可忽略不计[32].

为此提出采用激光干涉小角度测量法, 配合高精度回转台实现对 w 轴的角度测试; 再使用光电自准直仪与高精度反射镜面实现对 2θ 轴的角度测试, 如图6所示. 测试 2θ 轴时, 光电自准直仪置于衍射仪测角仪 w 轴心上, 以 w 轴为参考轴, 测量 2θ 轴转动时的角度误差. 而角度测量仪器再溯源至多齿分度台标准, 从而实现角度溯源.

通过精密角度校准溯源, 测角仪 w 和 2θ 最大分度误差不大于 $\pm 0.01^\circ$, 测角系统的中心偏心量小于 $30\ \mu\text{m}$, 达到测角系统的最佳精确度.

4.2 X射线波长溯源

使用铜靶X射线波长测量原子晶格常数时, 有布拉格衍射公式:

$$2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda, \quad (17)$$

式中, d_{hkl} 为晶面间距, θ_{hkl} 为X射线波矢与 hkl 晶面的夹角, λ 为X射线波长. 由于原子晶格具有非

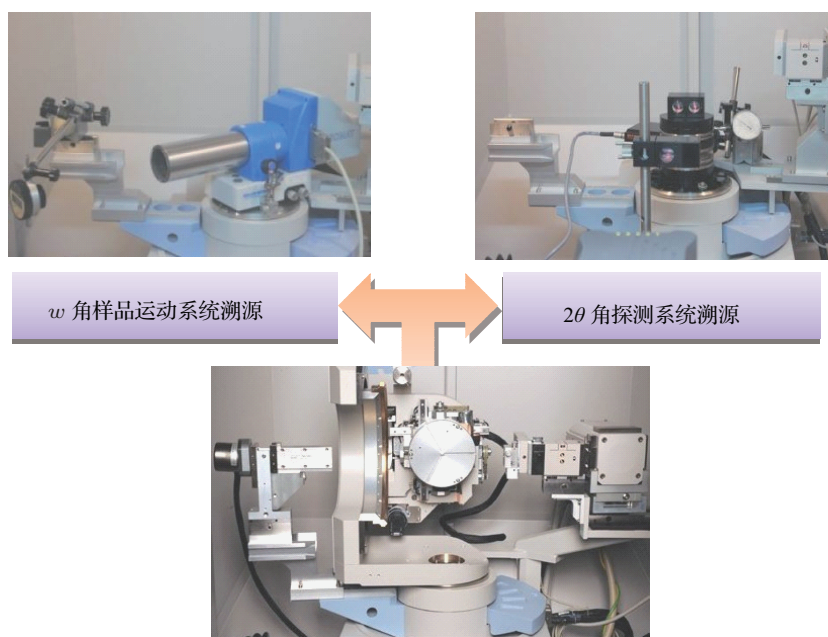


图6 角度校准的量值溯源图

常好的稳定性^[33], 因而选择单晶硅的晶格点阵参数作为 X 射线波长测量和溯源的媒介.

首先, 采用一片已经溯源至德国 PTB 的组合光学和 X 射线干涉仪 (COXI) 上的单晶硅片的晶面间距作为溯源标准, 其 Si(220) 的晶格常数为 $(192016.1 \pm 0.9) \text{ fm}$ ^[34-37]. 其次, 在 XRD 的光学系统中, 采用多层膜准直镜滤掉铜靶 X 射线的 $K\alpha_2$ 谱线, 只保留 $K\alpha_1$ 谱线, 得到波长数值的单色脉宽不低于 10^{-4} , 并测得该单晶硅片的 (220) 晶面间距为 $(192012 \pm 30) \text{ fm}$. 反算得到 X 射线波长值与铜靶 $K\alpha_1$ 的特征谱线波长 $\lambda = 0.15406 \text{ nm}$ 基本一致.

4.3 量值溯源图

经过前面的溯源研究, 提出如图 7 所示的厚度量值溯源图.

图 7 说明我国几何量计量领域将铜靶 X 射线标识谱的波长溯源至单晶硅的原子晶格常数上, 而该硅原子晶格已经溯源至激光波长上, 借助该原子晶格的点阵参数, 实现了纳米薄膜厚度测量系统的校准和溯源, 建立了纳米膜厚量值溯源的新途径, 利用原子晶格点阵参数实现了纳米级几何量计量和溯源.

5 精度评定

在精度评定方面已有针对反射率全拟合的最小二乘评定, 在主流的 XRD 系统上测量, 目前给定薄膜厚度测量的不确定度约为 1%^[30], 但由于全拟合是薄膜厚度、界面粗糙度、材料电子密度等综合的结果, 并且使用起来也非常耗时, 对于材料信息未知的薄膜, 全拟合法分析厚度较为困难, 因此影响了它的实用性. 若基于 (9) 式, 直接使用常规不确定度分析方法进行估计, 由于所得灵敏系数不是常数, 仅当峰位角在 $0.3^\circ - 1.2^\circ$ 之间时, 精度估计结果可信. 而实际测量中峰位角范围往往都超出 1.2° , 因此估计方法不合理. 也有学者提出别的精度判定方法, 但是较为简单而粗略^[29]. 为此本文提出一种估计方法: 首先, 由最小二乘法得到回归直线的斜率 a , 并计算其不确定度 $u(a)$; 其次, 对 (13) 式两边取对数, 得到纳米薄膜厚度的相对不确定度, 见 (18) 式:

$$\left[\frac{u(d)}{d} \right]^2 = \left[\frac{u(\lambda)}{\lambda} \right]^2 + \frac{1}{4} \left[\frac{u(a)}{a} \right]^2. \quad (18)$$

仍以 32.76 nm 的 Pt 薄膜为例进行不确定度估计, 具体见表 3.

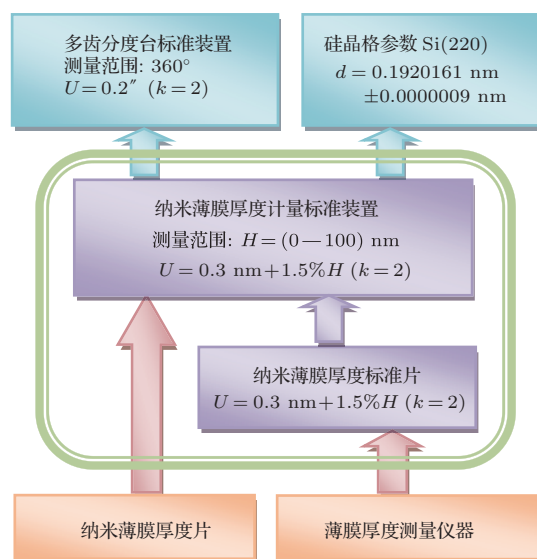


图 7 纳米薄膜厚度量值溯源图

表 3 Pt 纳米薄膜厚度的标准不确定度分量

来源 x_i	$u(x_i)$	$u(x_i)/\text{nm}$	c_i
测角误差 x_1	0.02°	0.07	1
X 射线波长 x_2	0.1%	0.04	1
样品装调误差 x_3	0.02°	0.07	1
模型与算法 x_4	0.2%—0.5%	0.17	1
峰位角选择 x_5	0.05°	0.17	1
材料折射率 x_6	0.1%	0.04	1
测量重复性 x_7	0.1 nm	0.10	1
合成不确定度		0.27	

取包含因子 $k = 2$, 得到该扩展不确定度 $U = 0.57 \text{ nm}$. 结合各种材料不同的薄膜厚度片, 最终得到薄膜厚度的测量结果. 一般表达形式为: $U = 0.3 \text{ nm} + 1.5\% H (k = 2)$, $k = 2$ 为包含因子, H 为被测薄膜厚度在样片某测点单次测量的测量值.

考虑到实际膜厚片的不均匀性, 选择在被测区域选择 n 个测点进行测量, 它的平均厚度为

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i. \quad (19)$$

以 33 nm 的 Pt 薄膜的厚度为例, 分析结果见表 4.

Pt 纳米薄膜厚度片的实际校准结果可表示为: $d = (32.76 \pm 0.60) \text{ nm} (k = 2)$, 此时有 $H = 32.76 \text{ nm}$, 依据所提出的测量能力所对应的相对不确定度为: $u(d)/d = 0.3 + 1.5\% H = 0.80 \text{ nm}$.

说明实际结果的不确定度在所估计的不确定度范围之内.

表4 纳米薄膜厚度片的校准结果

测量次数	1	2	3	平均值
d_i/nm	32.88	32.74	32.67	32.76
$u_{\text{rel}}(d_i)/\%$	0.58	0.52	0.62	0.57
$u(d_i)/\text{nm}$	0.29	0.26	0.31	0.29

6 结 论

采用GIXRR测量纳米薄膜厚度片,能够获得极好的测量重复性,近年来该测量方法越来越受到重视.通过研制的纳米膜厚标准,实现对大多数薄膜分析仪器比较测量,对于测量精度低于纳米膜厚标准样片的测量仪器,提供了一种溯源途径,对于测量精度较高的测量仪器则提供了比较验证的手段和方法.

研究GIXRR测量纳米薄膜厚度片的不确定度评定方法,得到纳米薄膜厚度的测量不确定度: $U = 0.3 \text{ nm} + 1.5\%H(k = 2)$.这对于对纳米薄膜厚度精确测量以及厚度的精确量化有重要意义.本文丰富了纳米薄膜厚度计量和测量结果的定量分析理论,提出了采用线性拟合类的计算方法校准纳米薄膜厚度的不确定度分析方法.研究内容对于纳米膜层材料的厚度计量研究以及纳米膜厚测量仪器的性能考核及纳米薄膜性能表征的量值统一具有重要意义.

感谢天津大学精密仪器与光电子工程学院曲兴华教授和浙江理工大学陈本永教授给予的建议和指导,感谢中国计量科学研究院战略所所长杨志华及业务处给予的支持,感谢同事张宁、沈妮、邵宏伟、朱小平、杜华等几位老师的建议和帮助.

参考文献

- [1] Jiang Z D, Wang C Y, Yang S M 2013 *Engineer. Science.* **15** 15 (in Chinese) [蒋庄德, 王琛英, 杨树明 2013 中国工程科学 **15** 15]
- [2] Kamineni V K, Diebold A C 2011 *AIP Confer. Proceed.* **1395** 33
- [3] Mai Z H 2007 *X-Ray Characterization of Thin Film Structure* (Beijing: Science Press) p62 (in Chinese) [麦振洪 2007 薄膜结构X射线表征 (北京: 科学出版社) 第62页]
- [4] Seah M, Chiffre L 2006 *Handbook of Materials Measurement Methods* (Berlin Heidelberg: Springer-Verlag) p229
- [5] Wu B, Hu M, Hou S B, Lü Z J, Gao W, Liang J R 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 188101 (in Chinese) [武斌, 胡明, 后顺保, 吕志军, 高旺, 梁继然 2012 物理学报 **61** 188101]
- [6] Huang Y, Ye H A, Li Q S, Dou Y F 2013 *Chin. Phys. B* **22** 027301
- [7] Imamura M, Matsubayashi N, Fan J, Kojima I, Sasaki M 2011 *Meas. Sci. Technol.* **22** 024007
- [8] Gao S T, Du H, Lu M Z, Cui J J, Shi Y 2009 *J. Nanosci. Nanotech.* **9** 692
- [9] Su H C, Lee C H, Lin M Z, Huang T W 2012 *Chin. J. Phys.* **50** 291
- [10] Diebold A C 2013 *J. Vacuum Sci. Technol. A: Vacuum, Surfaces, and Films* **31** 050804
- [11] Fuertes M C, Barrera M P, Plá J 2012 *Thin Solid Films* **520** 4853
- [12] Nolot E, André A 2011 *Thin Solid Films* **519** 2782
- [13] Stoev K N, Sakurai K 1999 *Spectrochimica Acta B: Atomic Spectroscopy* **54** 41
- [14] Colombi P, Agnihotri D K, Asadchikov V E, Bontempi E, Bowen D K, Chang C, Depero L E, Farnworth M, Fujimoto T, Gibaud A 2008 *J. Appl. Crystallogr.* **41** 143
- [15] Kim K J 2011 *J. Surface Anal.* **17** 177
- [16] Vaudin M D, Kessler E G, Owen D M 2011 *Metrologia* **48** 201
- [17] Misumi I, Lu M, Tanaka H, Sugawara K, Gonda S, Kurosawa T 2008 *Meas. Sci. Technol.* **19** 45101
- [18] Paz V F, Emons M, Obata K, Ovsianikov A, Peterhänsel S, Frenner K, Osten W 2012 *J. Laser Appl.* **24** 042004
- [19] Matyi R J, Depero L E, Bontempi E, Colombi P, Gibaud A, Jergel M, Krumrey M, Lafford T A, Lamperti A, Meduna M, Vander L A, Wiemer C 2008 *Thin Solid Films* **516** 7962
- [20] Fewster P F 2013 *X-ray Scattering from Semiconductors and Other Materials* (Singapore: World Scientific Publishing Company) p170
- [21] Chen C C, Liu L Y, Wang R Z, Song X M, Wang B, Yan H 2013 *Acta Phys. Sin.* **62** 177701 (in Chinese) [陈程程, 刘立英, 王如志, 宋雪梅, 王波, 严辉 2013 物理学报 **62** 177701]
- [22] Zhang J T, Li Y, Luo Z Y 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 186 (in Chinese) [张继涛, 李岩, 罗志勇 2010 物理学报 **59** 186]
- [23] Zhang J T 2010 *Ph. D. Dissertation* (Beijing: Tsinghua University) (in Chinese) [张继涛 2010 博士学位论文 (北京: 清华大学)]
- [24] Zhang J T, Li Y, Luo Z Y, Wu X J 2010 *Chin. Phys. Lett.* **27** 050601
- [25] Zhang J T, Li Y, Luo Z Y, Wu X J 2012 *Chin. Phys. B* **21** 010701
- [26] Zhang J, Li Y, Wu X, Luo Z, Wei, H 2010 *Opt. Express* **18** 7331
- [27] Chen K, Cui M Q, Zheng L, Zhao Y D 2008 *High Power Laser and Particle Beams* **20** 234 (in Chinese) [陈凯, 崔明启, 郑雷, 赵屹东 2008 强激光与粒子束 **20** 234]
- [28] Durand O, Morizet N 2006 *Appl. Surface Sci.* **253** 133

- [29] Serafińczuk J, Pietrucha J, Schroeder G, Gotszalk T P 2011 *Opt. Appl.* **41** 315
- [30] Cao J, Yanagihara M, Yamamoto M, Goto Y, Namioka T 1994 *Appl. Opt.* **33** 2013
- [31] Bowen D K, Tanner B K 1993 *Nanotechnology* **4** 175
- [32] Zhu H L, Jin C S, Zhang L C 2008 *Anal. Instrument* **1** 14 (in Chinese)[朱洪力, 金春水, 张立超 2008 分析仪器 **1** 14]
- [33] Massa E, Mana G, Kuertgens U, Ferroglio L 2011 *Metrologia* **48** S37
- [34] Vaudin M D, Kessler E G, Owen D 2011 *Metrologia* **48** 201
- [35] Windover D, Gil D L, Henins A, Cline J P 2009 *AIP Confer. Proceed.* **1173** 50
- [36] Schmidbauer M, Kwasniewski A, Schwarzkopf J 2012 *Acta Crystallographica B: Struct. Sci.* **6** 8
- [37] Krumrey M, Gleber G, Scholze F, Wernecke J 2011 *Meas. Sci. Technol.* **22** 094032

Nanometer film thickness metrology and traceability based on grazing incidence X-ray reflectometry*

Cui Jian-Jun^{1)2)†} Gao Si-Tian²⁾

1) (State Key Laboratory of Precision Measuring Technology and Instruments (Tianjin University), Tianjin 300072, China)

2) (National Institute of Metrology, Beijing 100013, China)

(Received 14 October 2013; revised manuscript received 30 November 2013)

Abstract

To realize metrology of the nanometer thin film thickness with high accuracy, a series of the nanometer film thickness standard samples with single layer is developed which could be measured by contact instruments such as stylus contact surface step profiler and scanning probe microscopy. The measurement and calculation method of grazing incidence X-ray reflectometry (GIXRR) for film thickness are studied. The formula of linear fitting method based on the periodic Kiessig fringes for thickness measurement is presented. A tracing approach of film thickness measurement, which is traceable to the atomic lattice of monocrystalline silicon and national angle standard, is proposed, and a new optics calibration method is presented which can measure angular misalignment of GIXRR apparatus. The relative expanded uncertainty of the nanofilm thickness H measurement is $U = 0.3 \text{ nm} + 1.5\%H$ with coverage factor $k = 2$.

Keywords: nano metrology, nanofilm thickness, grazing incidence X-ray reflectometry, thickness metrology

PACS: 06.20.-f, 06.30.Bp, 01.50.Kw, 02.10.Ud

DOI: 10.7498/aps.63.060601

* Project supported by the Key Program of the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 91023021), the Foundation of National Metrology Institute of China (Grant Nos. AKY0703, 24-JB1104), the Open Foundation of Zhejiang Provincial Top Key Academic Discipline of Mechanical Design and Theory and Zhejiang Sci.-Tech. University Key Laboratory, China (Grant No. ZSTUMD2012A005).

† Corresponding author. E-mail: cuijj@nim.ac.cn