

# Si 晶格常数超高精度传递测量中的 标准晶体及制备

高 维 滨

(中国科学院半导体研究所,北京,100083)

1990年7月3日收到,1991年1月28日修改定稿.

用 XROI (X-Ray/Optics Interferometry) 法测得高精度的 Si(220) 面间距, 22.5°C 为  $192015.902 \pm 0.019 \text{ fm}$ . 并发展了晶格常数超高精度测量传递方法. 本文根据传递测量的原理及测量技术阐明了对标准晶体制备的要求. 文中给出了我们的标准晶体的尺寸, 一个样品晶体的测量曲线.

## 一、引言

超高精度晶格常数传递测量是基于: 已知其超高精度晶格常数的晶体和超高精度的相对测量方法.

80年代, R. D. Deslattes<sup>[1]</sup> 等公布了用分离的 L-L-L 型 X-射线干涉仪与用标准光源的法卜里-泊罗光学干涉仪相耦合的方法测得在 22.5°C 时 Si(220) 的面间距为:  $192015.902 \pm 0.019 \text{ fm}$ , 建立了超高精度传递测量的基础之一. 至于相对测量方法则有一个发展过程. 1969年, M. Hart<sup>[2]</sup> 用双光源, 对称的 Laue 布置, 当样品晶体回摆时, 同时测  $(h, -h)$  及  $(-h, h)$  的两条回摆曲线, 通过两回摆峰角位置之差  $\Delta\beta$  可以得到  $\frac{\Delta d}{d}$  即晶格常数的相对偏离值. 对 Si 晶体回摆峰的半高宽为 0.2—20 弧度秒. 按最好的情况考虑, 取其半高宽为 0.2 弧度秒, 因而对角位置  $\beta$  的测量精度为回摆峰半高宽的 1%, 为 0.002 弧度秒,  $\frac{\Delta d}{d}$  的精度约为  $10^{-6}$ — $10^{-7}$  数量级, 因而不能满足高精度传递测量的要求. 1977 年 U. Bonse<sup>[3]</sup> 研究了对称 Laue 布置的回摆峰的振动结构, 即回摆峰由许多小的峰构成, 在良好情况下, 在回摆峰中央会出现尖峰其半高宽只有 0.05 秒, 因而使峰角位置  $\beta$  的测量精度提高约一个数量级, 因而  $\frac{\Delta d}{d}$  的误差只有  $10^{-7}$ — $10^{-8}$ .

在超高精度传递测量中除去对测量仪器的精度、环境噪声及温度稳定的要求外, 关键是标准晶体的制备.

## 二、测量原理及对标准晶体的要求

超高精度晶格常数传递测量的几何布置如图 1 所示, 标准晶体 Ca 放置在双晶衍

射仪的第一转轴上,样品晶体  $C_b$  放置在双晶衍射仪的第二转轴上,挡板  $SH$  分别挡住光源  $S_2$  与  $S_1$  时,当样品晶体  $C_b$  迂摆时则探测器  $D_1$  和  $D_2$  分别记录到一条迂摆曲线,它们的角位置分别为  $\beta_1$  和  $\beta_2$  易见:

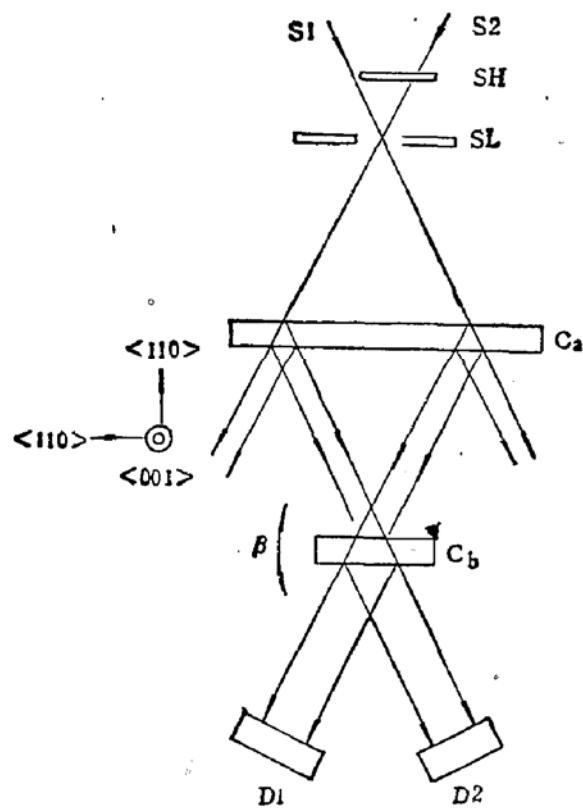


图1 晶格常数超高精度传递测量的几何布置,  $S_1, S_2$  为 X 光光源,  $SL$  为狭缝,  $C_a$  为标准晶体,  $C_b$  为样品晶体,  $D_1$  和  $D_2$  为探测器,  $SH$  为一可动挡板

作如下考虑,如图 2 所示,标准晶体没有弯曲时,两人射点处的布拉格平面  $AB$ ,  $CD$  平

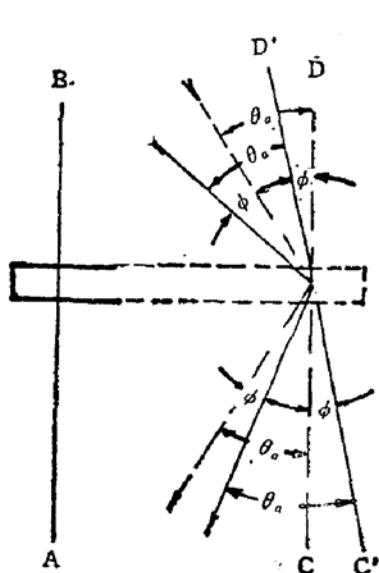


图2 标准晶体  $C_a$  弯曲时引入的  $\beta$  角  
测量误差的示意图

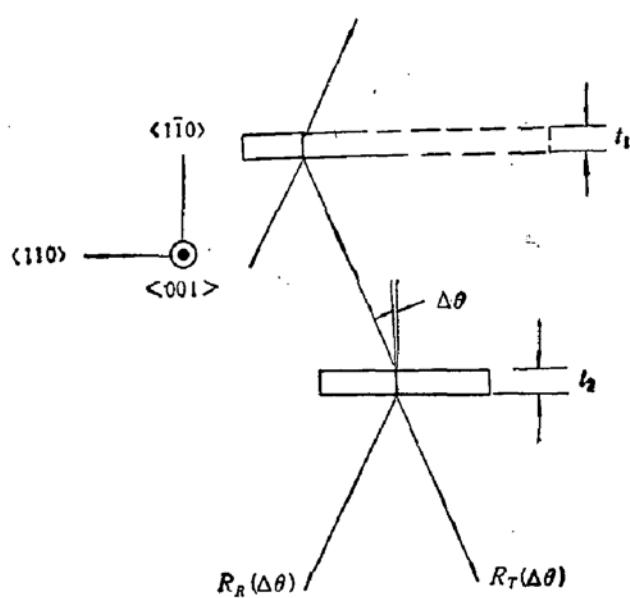


图3 用于测量具有振动结构的 Laue 迂摆  
曲线  $R_R(\Delta\theta)$  和  $R_T(\Delta\theta)$

$$\Delta\beta = \beta_1 - \beta_2$$

$$\Delta\beta = 2(\theta_a - \theta_b)$$

其中  $\theta_a$  和  $\theta_b$  分别为标准晶体  $C_a$  与样品晶体  $C_b$  衍射面的布拉格角。如果:

$\Delta\theta = \theta_a - \theta_b$  很小,亦意味着  $\Delta d = d_a - d_b$  很小则有:

$$\Delta\beta = 2 \tan \theta \cdot \frac{\Delta d}{d} \quad (1)$$

即  $\frac{\Delta d}{d}$  的精度决定于  $\Delta\beta$  的精度,亦即是决定于  $\beta$  的测量精度,因而提高  $\beta$  角的测量精度是关键问题,在 80 年代所进行的测量中,以迂摆曲线的中心作为确定  $\beta$  的标尺。迂摆峰半高宽为 0.2—20 弧度秒,其中心位置精度估计为半高宽的 1%,  $\beta$  的精度约为  $6 \times 10^{-7}$  rad,因而  $\frac{\Delta d}{d}$  的精度只有相同的精度。

由于标准晶  $C_a$  的微小弯曲可引入  $\Delta\beta$  的测量误差,  $C_a$  晶体弯曲的影响可

行,当晶体弯曲时,为了简化,设 AB 不动,只是 CD 相对于 AB 转过角度  $\phi$ , CD 处于 C'D' 的位置,衍射线也产了  $\phi$  的偏角,假设弯曲是均匀的,则不难看出:

$$\phi = \frac{l}{R} \quad (2)$$

其中  $l$  为两入射点的距离,  $R$  为曲率半径。如果要保证  $\phi < 10^{-8}$  rad,  $l$  为 0.1m, 则要求  $R > 10^7$  m 因而必须使 Ca 有足够的刚度, 增加其刚度的方法是增加晶体的厚度和高度, 但这是很有限的, 或者使晶体带有一个和它是一体的底座。但仍然要考虑加工应力, 并保证无应力的放置在双晶衍射仪的第一转轴上。

如前所述, 以迴摆峰中心作为  $\beta$  角的测量标尺, 使  $\frac{\Delta d}{d}$  的精度只有  $10^{-6}$ — $10^{-7}$  量级, 因而为了提高  $\beta$  角的测量精度需要寻找更精确的标尺。

图 3 的几何布置与图 1 中的每一个光路相同, 对称 Laue 型, 当严格控制环境噪声, 并选择恰当的标准晶体 Ca 和样品晶体 C<sub>b</sub> 的厚度  $t_1$  和  $t_2$ , 加之精确的晶体的调整。则记录到的迴摆曲线呈现出振动结构, 并在中央出现尖峰。(参见图 5), 其半高宽不大于 0.05 弧度秒。这是由干涉而引起的现象。

按图 3 所示的几何布置, 对每级晶体的衍射, 其反射波和向前透射波的强度可表示为:

$$I_R(y) = \exp(-\mu t / \cos \theta_B) \left| \frac{\sin(AY)}{Y} \right|^2 \quad (3)$$

$$I_T(y) = \exp(-\mu t / \cos \theta_B) \left| \cos(AY) + iy \frac{\sin(AY)}{Y} \right|^2 \quad (4)$$

其中,

$$A = \pi t / \Delta_c^\alpha \quad \alpha = \sigma, \pi \quad (5)$$

$$Y = \sqrt{y^2 + \left( \frac{\chi_b \chi_h}{|\chi_b \chi_h|} \right)^2} \quad (6)$$

而  $\chi_b$  和  $\chi_h$  是介电极化率  $\chi(r)$  的  $h$  级和  $-h$  级的复富氏系数,  $y = -\Delta \theta \Delta_c^\alpha d^{-1}$ ,  $\Delta \theta = \theta - \theta_B$  如图 3 所示,  $d$  为布拉格面间距。

根据本征衍射, 反射波强度的公式(3)可求出当第二晶体迴摆时反射波的强度, 即卷积,

$$R_R(\Delta \theta) = C^\sigma R_R^\sigma(\Delta \theta) + C^\pi R_R^\pi(\Delta \theta) \quad C^\sigma = 1, \quad C^\pi = \cos 2\theta_B \quad (7)$$

其中

$$R_R^\alpha(\Delta \theta) = \int_{-\infty}^{+\infty} I_R(y) \cdot I_R\left(y + \frac{\Delta_c^\alpha}{d} \Delta \theta\right) dy \quad \alpha = \sigma, \pi \quad (8)$$

注意式(7)是由  $\sigma$  和  $\pi$  两个偏振态的线性组合, 而每一个偏振态的卷积由(8)式表示。而参数

$$\Delta_c^\alpha = \lambda \cos \theta_B / \Gamma |C^\alpha| F_A \quad (9)$$

其中:  $\Gamma = r_e \lambda^2 / \pi V$ ,  $r_e$  电子经典半径、 $\lambda$  为 X 射线波长、 $V$  晶胞体积、 $C^\alpha$  为偏振因子  $C^\sigma = 1$ ,  $C^\pi = \cos 2\theta_B$ ,  $F_A$  为结构因子。例如, 对 AgK<sub>a</sub> Si(440)  $\Delta_c^\sigma = 70.45 \mu$ 。

由(7)式可以计算出  $R_R(\Delta \theta)$ , 易见是带有振动结构的迴摆曲线, 其具有振动结构的

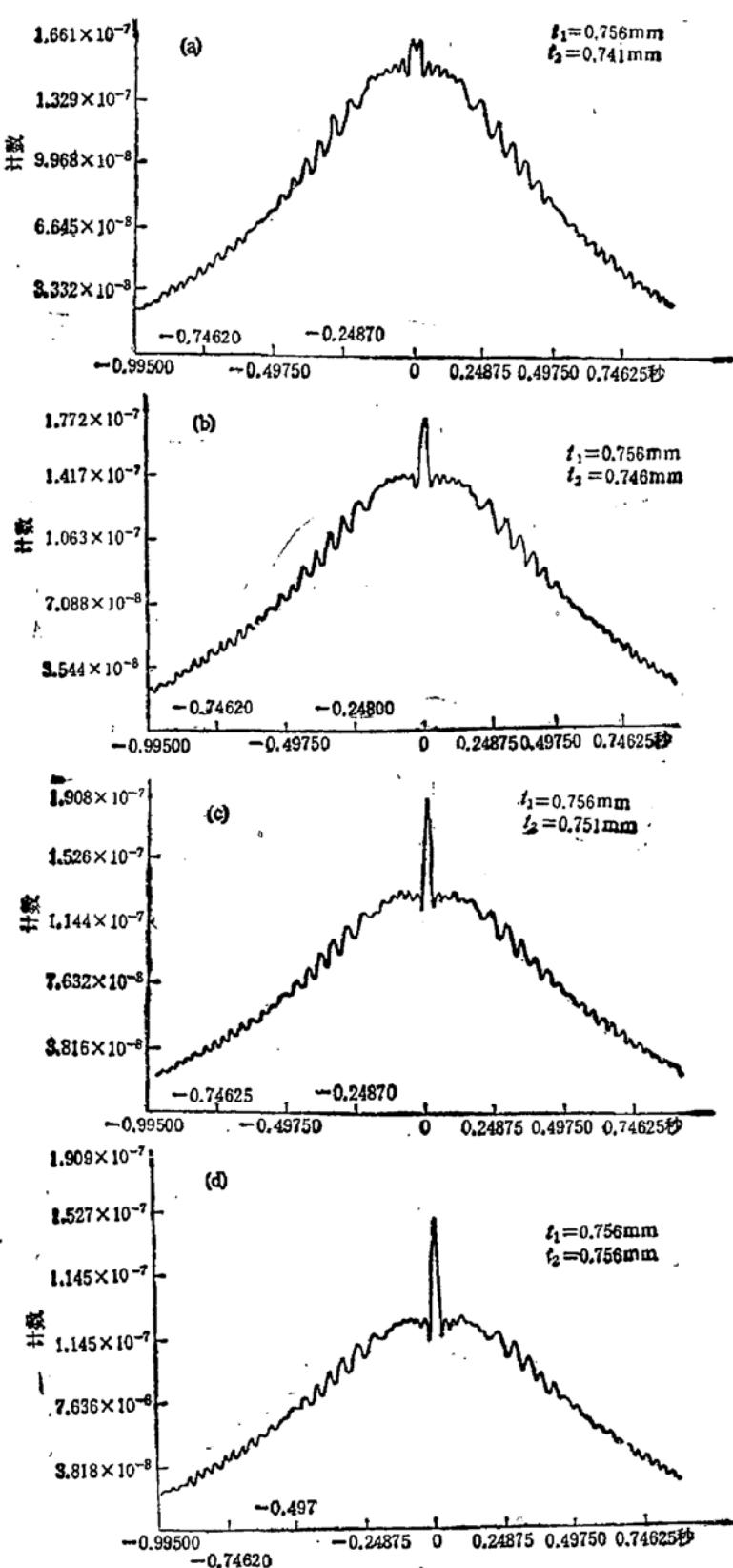


图 4 计算的  $R_R(\Delta\theta)$  曲线  $\text{AgK}_\alpha$ ,  $\text{Si}(440)$   $t_1 = 756 \mu$ , 从 a-d  $t_2$  分别为: 741, 746, 751, 756  $\mu$

原因是由于本征衍射有振动因子  $\left| \frac{\sin A Y}{Y} \right|^2$ 。由于对中央尖峰感兴趣, 考虑  $\Delta\theta = 0$  时的  $R_R(\Delta\theta)$ 。易见  $R_R(\Delta\theta = 0)$  随  $A$  而振动, 同时振幅随  $A$  的增大而减小。 $R_R(\Delta\theta = 0)$  的

最大值相当于  $A = \left(n + \frac{1}{2}\right)\pi$  即  $\pi t / \Delta_c^* = \left(n + \frac{1}{2}\right)\pi$ ,  $t = \left(n + \frac{1}{2}\right)\Delta_c^*$ 。同时我们注意到  $t_2$  与  $t_1$  的差别极大地影响中央尖峰的高度。我们的标准样品为  $756\mu\text{m}$  厚, 而取不同的  $t_2$  值,  $741, 746, 751, 756$  计算了  $R_R(\Delta\theta)$ , 结果如图 4 所示。因而理想情况下应取  $t_2 = t_1 = t = \left(n + \frac{1}{2}\right)\Delta_c^*$ 。关于  $n$  的取值, 一方面要考虑晶体的厚度易于加工, 另一方面要考虑随着晶体厚度的增加  $R_R(\Delta\theta=0)$  的强度也要下降。根据实际情况取定。

### 三、制备与实验

标准晶体的尺寸为  $75.0 \times 10.0 \times 0.756\text{mm}$ , 见图 5, 为了增加其刚度使之带有一个底座, 两者是整体的, 是由经 XROI 法测得晶格常数的一块晶体上经定向, 切割、机械化抛光而得到。在标准晶体的有效区域内厚度为  $0.756 \pm 0.001\text{mm}$ 。样品晶体除去长度只

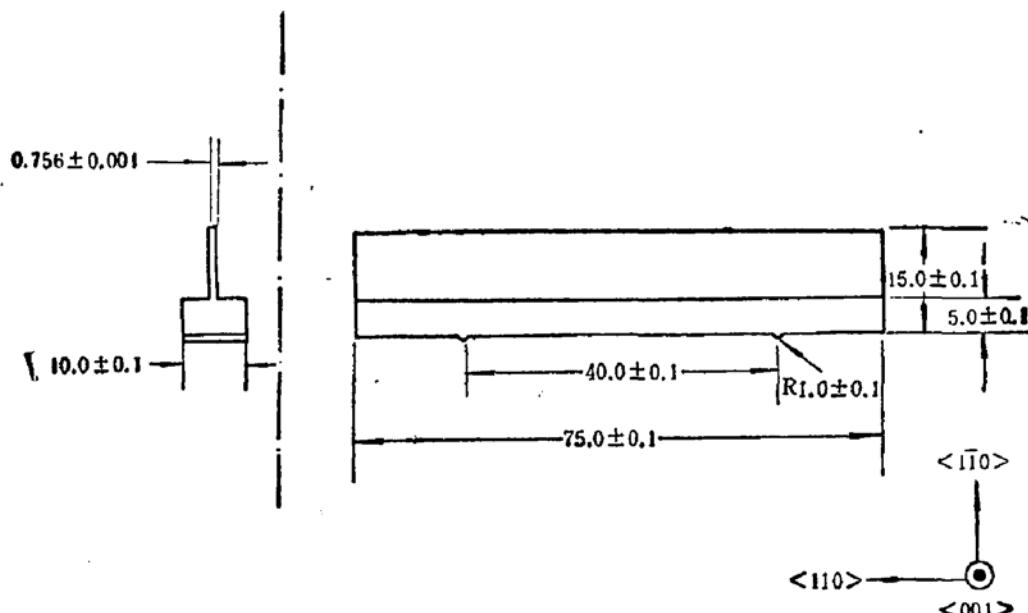


图 5 标准样品尺寸

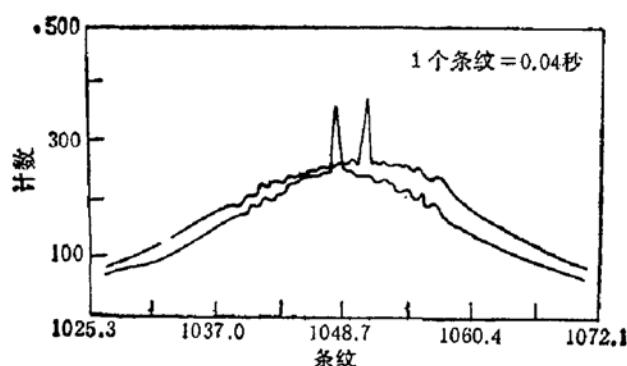


图 6 按图 1 中的几何布置分别测得的两条带有振动结构的迴摆曲线, 由它们中央尖峰的角位置  $\beta_1$  和  $\beta_2$  可得到  $\Delta\beta$ . (1 条纹 = 0.04s)

有 10.0mm 外其他尺寸与标准晶体相同。我们做的两个样品晶体一个厚度为  $0.758 \pm 0.001\text{mm}$ , 另一个为  $0.754 \pm 0.001\text{mm}$ 。

图 6 给出了典型的实测曲线, 中央尖峰的半高宽小于 0.05 弧度秒, 据式 (1)  $\frac{\Delta d}{d} < 10^{-8}$ 。

本工作的实验是在 NBS, US 完成的, 在此感谢 Dr. R. D. Deslattes 提供的条件, 也感谢 Dr. A. Henis 和 E. G. Kessler 给予的帮助。

### 参 考 文 献

- [1] B. N. Taylor and W. D. Phillips, Eds., Precision Measurement and Fundamental Constants 11, Natl. Bur. Stand. US, Spec. Publ. 617(1984).
- [2] M. Hart, Proc. Roy. Soc., A309, 281—296(1969).
- [3] U. Bonse, W. Graeff, R. Lewert and H. Rauch, Phys. Stat. Sol., (a), 43, 487(1977).

## Standard Crystal and its Preparation Used in Crystal to Crystal Transfer of Si Parameter with Super High Accuracy

Gao Weibin

(Institute of semiconductors, Academia Sinica, Beijing, 100083)

### Abstract

The particular specimen of Si crystal involved in the XROI (X-Ray/Optic Interferometry) is not of a size suited to generate diffraction although with super high accuracy of (220) spacing distance  $192015.902\text{ fm}$  at  $22.5^\circ\text{C}$ . In order to compare from one to the others with high precision the transfer method has been developed.

At present paper we according to the element and technology of transfer, describe how to design and prepare the standard crystal, and a pair of experimental rocking curves are given and the width at half height of the central peaks are less than 0.05 sec.