

JJF(沪)

上海市地方计量校准规范

JJF(沪) 59—2018

微纳米台阶高度（深度）标准样板 校准规范

Calibration Specification for Micro/Nano-Step Height/Depth Standards

2019—2—1发布

2019—3—1实施

上海市市场监督管理局发布

微纳米台阶高度（深度）

标准样板校准规范

Calibration Specification

for Micro/Nano-Step Height/Depth Standards

JJF(沪)59-2018

本规范经上海市市场监督管理局于 2018 年 12 月 12 日批准，并自 2019 年 3 月 1 日起施行。

归口单位：上海市市场监督管理局

主要起草单位：上海市计量测试技术研究院

中国航空工业集团公司北京长城计量测试技术研究所

参加起草单位：中国计量科学研究院

上海交通大学

本规范由上海市计量测试技术研究院负责解释

本规范主要起草人：

蔡潇雨（上海市计量测试技术研究院）

朱振宇（中国航空工业集团公司北京长城计量测试技术
研究所）

张 波（上海市计量测试技术研究院）

参加起草人：

施玉书（中国计量科学研究院）

陈 欣（上海交通大学）

目录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文献	(1)
3 术语	(1)
4 概述	(2)
5 计量特性	(3)
5.1 样板的台阶高度(深度)	(3)
5.2 样板的均匀性	(3)
6 校准条件	(3)
6.1 环境条件	(3)
6.2 测量标准器及其他设备	(3)
7 校准项目和校准方法	(4)
7.1 样板的台阶高度(深度)	(4)
7.2 样板台阶高度(深度)的均匀性	(5)
8 校准结果的处理	(5)
9 复校时间间隔	(5)
附录 A 校准证书内容	(6)
附录 B 校准证书(内页)格式	(7)
附录 C 微纳米台阶高度(深度)标准样板校准结果的测量不确定度评定	(8)

引言

JJJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》共同构成本规范制定工作的基础性系列计量技术法规。

本规范为首次制定。

微纳米台阶高度（深度）标准样板校准规范

1 范围

本规范适用于高度在 5nm 到 1000nm 之间的微纳米台阶高度（深度）标准样板的校准，对于高度不超过 6000nm 的台阶高度（深度）标准样板可参照本规范执行。

2 引用文献

GB/T 3505—2009 产品几何技术规范（GPS）表面结构 轮廓法 术语、定义及表面结构参数

GB/T 10610—2009 产品几何技术规范（GPS） 表面结构 轮廓法评定表面结构的规则和方法

GB/T 19067.1—2003 产品几何量技术规范（GPS） 表面结构轮廓法测量标准第 1 部分：实物测量标准

GB/T 19067.2—2004 产品几何量技术规范（GPS） 表面结构 轮廓法 测量标准第 2 部分：软件测量标准

注：凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语

下列术语和定义适用于本校准规范。

3.1 微纳米台阶高度（深度） (micro/nano-stepheight/depth)

具有微纳米尺度量值的台阶状表面几何结构形式，用来表征垂直高度（深度）。

3.2 微纳米台阶高度(深度)标准样板 (micro/nano-stepheight/depth standard)

具有微纳米台阶高度（深度）几何结构形式的实物传递样板。

3.3 扫描探针显微镜 (scanning probe microscope, SPM)

基于探针对被测样品进行表面形貌扫描成像的显微镜的统称。其利用探针与样品的不同相互作用来探测被测样品表面或界面在微纳米尺度上表现出的物理特性和化学特性，包括原子力显微镜 (atomic force microscope, AFM)、扫描隧道显微镜 (scanning tunneling microscope, STM) 等。

3.4 计量型扫描探针显微镜 (metrological scanning probe microscope, MSPM)

具有激光干涉测量系统，测量量值能够直接溯源至激光波长的扫描探针显微镜。比如，沿 X、Y、Z 坐标轴分别装备校准位置误差的激光干涉测量系统的扫描探针显微镜。

4 概述

微纳米台阶高度(深度)标准样板是指具有微纳米尺度量值,在样板工作区域内以台阶状表面几何结构形状表征,可复现或提供一个或多个与基准面间垂直高度量值的实物量具。该类样板可作为量值传递的标准样板或工作样板使用,目前常用样板的外形见图1。

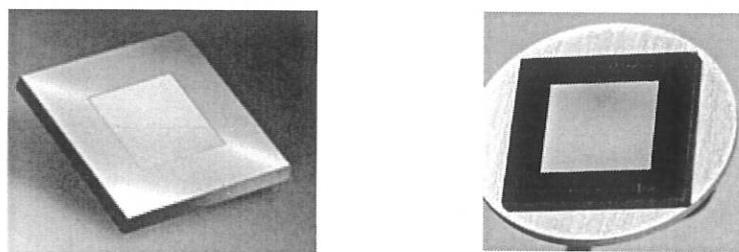


图1 常用微纳米台阶高度(深度)标准样板外形

微纳米台阶高度(深度)标准样板通常是通过对石英玻璃或硅等基底材料或是对其表面上镀制的膜层,进行直接或间接刻蚀加工;或是通过对单晶硅基底材料进行化学生长等微电子加工手段来制备。有时为了保护样板的表面结构会在其表面再镀制一层薄的保护膜层,如铂、铬层等。

微纳米台阶高度(深度)标准样板常见的几何结构有单层规则形状的单一高度、单层一维光栅形状的单一高度、单层二维格栅形状的单一高度、多层复合高度和不规则形状高度等表征形式。目前典型的样板表面结构形状见图2。

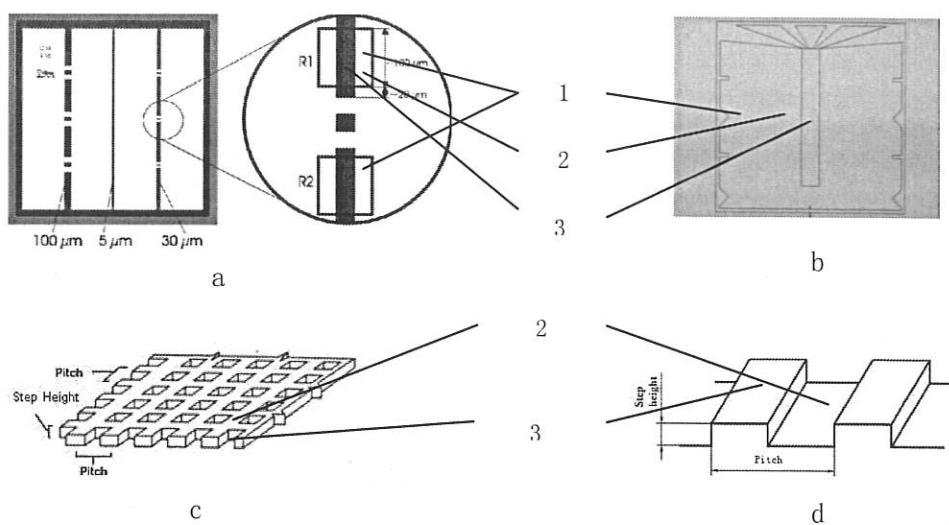


图2 典型台阶高度样板表面结构图

1—样板有效测量区域; 2—轮廓基准面; 3—轮廓台阶面

微纳米台阶高度(深度)标准样板主要用于扫描探针显微镜、台阶仪、触针式轮廓仪和光学式表面形貌测量仪等微纳米测量仪器的垂直方向位移量的校准。被校准仪

器通过系列样板测得的台阶高度(深度)量值与样板校准值的比较,从而对被测仪器的垂直位移特性进行评定。

5 计量特性

5.1 样板的台阶高度(深度)

台阶高度(深度)是通过对样板有效测量区域内不同位置的多次测量结果的平均值进行评定。台阶高度(深度)技术要求如表1所示。

表1 台阶高度(深度)标准样板计量特性技术要求

序号	计量特性名称	技术要求
1	台阶高度(深度) h	台阶高度(深度)测量不确定度: $h \leq 1\ 000\ nm, U = 4\ nm + 0.05h, k = 2$
2	台阶均匀性 s	实验标准偏差 s 小于2nm

注:作为校准,不判断合格与否,表1中的计量特性技术要求,仅供参考。

5.2 样板的均匀性

样板台阶高度(深度)的均匀性是通过对样板有效测量区域内不同位置的多次测量结果的实验标准差 s 进行评定。样板的均匀性技术要求如表1所示。

6 校准条件

6.1 环境条件

校准过程中环境条件见表2。

表2 校准环境条件

校准室内的温度(°C)	20±3
室温的变化(°C/h)	≤0.5
校准室的相对湿度(%RH)	≤65
校准室的空气洁净度	优于10万级
被校准样板在室内平衡温度时间(h)	>6

校准室内应无影响测量的振动源。

6.2 测量标准器及其他设备

校准过程中使用的测量标准器及其他设备见表3。

表3 校准项目和主要校准设备

序号	校准项目	测量标准器
1	样板的台阶高度(深度)(h)	计量型扫描探针显微镜 Z方向测量不确定度: $U = 1 \text{ nm} + 0.02h, k = 2$
2	样板的均匀性	

7 校准项目和校准方法

7.1 样板的台阶高度(深度)

将样板固定在测量台上，在光学观测系统辅助下，调整样板至有效测量区域。沿垂直台阶纵向结构进行扫描；探针在样板表面沿台阶结构的法向截面轮廓进行扫描。

选择样板有效测量区域内均布的5个不同位置分别进行测量(如图3所示)，且应避免有污损区域。在每个位置重复测量3次，取每个测量位置3次实测值的平均值作为该测量位置的测量值，取5个测量位置的测量值的平均值作为样板台阶高度(深度)的测量值。

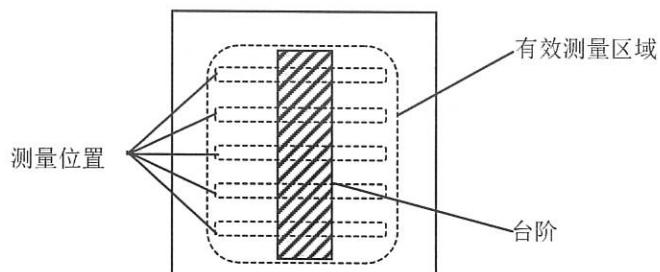


图3 台阶样板测量区域示意图

以台阶高度为例，如图4所示，其中 W 代表台阶宽度， h 为台阶高度或深度，台阶下表面A、C和台阶上表面B的计算测量区域用实线标出，宽度为 $W/3$ 。

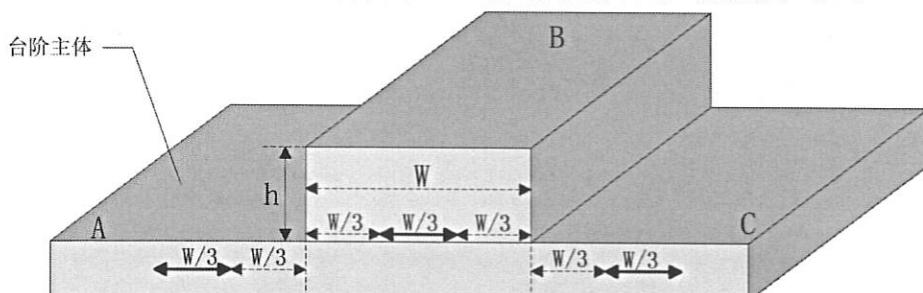


图4 台阶高度(深度)测量示意图

按式(1)计算台阶高度(深度)：

$$h = \frac{\sum_{i=1}^m B_i}{m} - \frac{\sum_{i=1}^n A_i + \sum_{i=1}^n C_i}{2n} \quad (1)$$

式中：

h ——台阶高度(深度), nm;
 B_i ——区域B中Z轴位移测量值, nm;
 A_i ——区域A中Z轴位移测量值, nm;
 C_i ——区域C中Z轴位移测量值, nm;
 m ——区域B测量点数;
 n ——区域A、C测量点数。

7.2 样板台阶高度(深度)的均匀性

以样板的台阶高度(深度)(7.1)的实验中5个测量位置的测量结果的实验标准差作为样板的均匀性的测量结果。

样板的均匀性按式(2)计算:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \quad (2)$$

式中:

s ——实验标准差, nm;
 x_i ——第*i*次测量的台阶高度(深度)值, nm;
 \bar{x} ——*n*次测量所得值的算术平均值, nm;
 n ——测量次数。

8 校准结果的处理

校准后的台阶高度(深度)标准样板应出具校准证书, 校准证书的内页格式和信息参见附录A、B。

9 复校时间间隔

校准时间间隔, 根据标准样板使用情况由用户自行确定, 建议为1年。

附录 A

校准证书内容

校准证书应至少包括以下内容：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点；
- d) 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准日期，如果与校准结果的有效性应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；
- i) 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用计量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范的偏离的说明；
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

附录 B

校准证书（内页）格式

序号	校准项目	校准结果
1	样板的台阶高度（深度）	实测值：
		测量结果不确定度：
2	样板的均匀性	

附注：

校准员：

核验员：

附录 C

微纳米台阶高度(深度)标准样板校准结果的测量不确定度评定

C.1 概述

- C.1.1 测量方法：在计量型原子力显微镜上进行扫描测量。
- C.1.2 环境条件：实验室温度(20 ± 3) $^{\circ}\text{C}$ ，室温的变化 $\leq 0.5^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ，湿度 $\leq 65\% \text{RH}$ 。
- C.1.3 测量装置：计量型原子力显微镜（以下简称原子力显微镜）。
- C.1.4 被测样品：选用高度值分别为100nm和940nm的两块台阶高度样板作为被测样品进行测量。

C.2 测量模型

由于台阶高度值是通过测量直接计算得到的，因此：

$$y = h \quad (\text{C-1})$$

式中：

y ——台阶高度的测量结果；

h ——通过测量直接计算得到的数值。

综合分析对测量结果会产生影响的每个误差来源，列出了如下的分量：

- 1) 多次测量及样板不均匀引入的测量重复性的不确定度分量 u_s 。
- 2) 所用激光干涉仪波长误差引入的不确定度分量 u_{λ} 。
- 3) Z轴激光干涉仪轴向运动误差引入的不确定度分量 u_{\cos} 。
- 4) 干涉仪非线性引入的不确定度分量 u_{nl} 。
- 5) 图像倾斜校正引入的不确定度分量 u_{θ} ；
- 6) 测量时温度变化对测量过程的影响引入的不确定度分量 u_t 。

C.3 各输入量的标准不确定度的评定

C.3.1 测量重复性引入的标准不确定度分量

对选用的台阶高度样板分别连续重复测量 n 次，计算测量结果的实验标准差，采用A类方法进行不确定度评定。

单次测量的实验标准差为：

$$s_i = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \quad (\text{C-2})$$

采用平均值的实验标准差作为输入量的标准不确定度：

$$u_s = \frac{s_i}{\sqrt{n}} \quad (\text{C-3})$$

表 C.1 测量重复性数据表

样板标称值 (nm)	测量平均值 (nm)	测量次数 (n)	平均值的实验标准差 ($u_I=s$, nm)
100	100.1	9	0.2
940	939.2	9	0.4

C.3.2 所用激光干涉仪波长误差引入的不确定度分量

所用激光在考虑空气折射率、干涉仪光学系统布局、阿贝误差、死程误差后，其平均波长值的最大相对变化量为 1×10^{-8} ，台阶高度测量中 Z 方向测量范围为微纳米级，因此激光波长误差引入的不确定度分量可以忽略不计。

C.3.3 Z 轴激光干涉仪轴向运动误差引入的不确定度分量

Z 轴激光干涉仪轴向运动角度偏差最大不超过 0.005° 。按均匀分布处理，包含因子 $k = \sqrt{3}$ ，估算相对不确定度为 20%，采用 B 类方法进行评定。

$$u_{\cos} = \frac{\tan 0.005}{\sqrt{3}} H = 5 \times 10^{-5} H \quad (C-4)$$

C.3.4 干涉仪非线性引入的不确定度分量

干涉仪测量微小位移时的非线性误差对测量结果的影响是十分明显的，根据干涉仪非线性误差的特点，通过修正可以将非线性误差控制在一定的范围内，干涉仪修正后的残余非线性误差在 $\pm 0.5\text{nm}$ 范围内，按均匀分布估计，其标准不确定度为：

$$u_{nl} = \frac{0.5}{\sqrt{3}} = 0.29 \text{ nm} \quad (C-5)$$

C.3.5 图像倾斜校正引入的不确定度分量

样板摆放于标准器原子力显微镜样品台上时，会产生倾斜，必须对测量数据进行消倾处理，在倾斜角度小于 5° 的条件下，由于图像倾斜校正引入的测量标准不确定度为 0.2nm 。

C.3.6 样板热变形引入的标准不确定度分量

由于本校准微纳米台阶标准样板高度为 100nm 和 940nm ，材料为硅，热膨胀系数为 $6 \times 10^{-6}\text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ，考虑校准时温度变化控制在 $\pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$ ，因此由样板热变形引入的标准不确定度分量可以忽略不计。

C.4 合成标准不确定度评定

C.4.1 合成标准不确定度 u_c 的计算

合成标准不确定度：

$$u_c = \sqrt{u_s^2 + u_{\cos}^2 + u_{nl}^2 + u_\theta^2} \quad (C-6)$$

C.4.2 标准不确定度汇总表

表 C.2 标准不确定度汇总表

样板规格	不确定度来源	符号	评定方法	合成标准不确定度 (nm)
100nm	测量重复性	u_s	A类	0.4
	激光干涉仪 Z 轴轴向运动误差	u_{cos}	B类	
	干涉仪非线性	u_{nl}	B类	
	图像倾斜校正	u_θ	B类	
940nm	测量重复性	u_s	A类	0.6
	激光干涉仪 Z 轴轴向运动误差	u_{cos}	B类	
	干涉仪非线性	u_{nl}	B类	
	图像倾斜校正	u_θ	B类	

C.4.3 扩展不确定度的评定

取 $k=2$, 扩展不确定度为:

$$U = k \cdot u_c = 2u_c \quad (\text{C-7})$$

C.5 扩展测量不确定度的报告与表示

台阶高度的测量结果的扩展不确定度为:

表 C.3 标准不确定度汇总表

样板规格	合成标准不确定度 (u_c)	包含因子 (k)	扩展不确定度 (U)
100nm	0.4nm	2	0.8nm
940nm	0.6nm	2	1.2nm