

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710193585.3

[51] Int. Cl.

G01B 15/02 (2006.01)

G01B 15/08 (2006.01)

G01N 9/24 (2006.01)

G01N 23/00 (2006.01)

[43] 公开日 2008年6月25日

[11] 公开号 CN 101206112A

[22] 申请日 2007.12.20

[21] 申请号 200710193585.3

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130033 吉林省长春市东南湖大路16号

[72] 发明人 金春水 朱洪力 张立超

[74] 专利代理机构 长春菁华专利商标代理事务所  
代理人 南小平

权利要求书3页 说明书5页 附图2页

## [54] 发明名称

一种纳米级多层膜结构的测量方法

## [57] 摘要

本发明属于光学测量技术领域，是一种纳米级多层膜结构的测量方法。本发明首先建立周期内四层结构模型，然后测量多层膜的X射线掠入射反射率 $R'$ ，根据多层膜的详细结构模型计算其X射线掠入射反射率 $R$ ，以此建立评价函数 $FOM(d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma) = 1/M \sum [\lg(R'(\theta)) - \lg(R(\theta))]^2$ 。采用遗传算法求此评价函数关于各个结构参数的最小值，即可得到多层膜的详细结构。本发明解决了常规极小化算法在拟合多层膜详细结构模型时易于陷入局部极小值的问题，提供了一种可用于表征多层膜详细结构的方法。本发明适用于复杂结构多层膜的结构参数表征问题。

1. 一种纳米级多层膜结构的测量方法，其特征在于：

(1) 以双层结构多层膜建立周期内[M1/M2/M3/M4]四层结构模型，将其X射线掠入射反射率写成多层膜结构参数的函数 $R=R(d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma, \theta)$ ，其中， $d_1$ 、 $\rho_1$ 为M1层厚度和密度， $d_2$ 、 $\rho_2$ 为M2层厚度和密度， $d_3$ 、 $\rho_3$ 为M3层厚度和密度， $d_4$ 、 $\rho_4$ 为M4层厚度和密度， $\sigma$ 为界面粗糙度， $\theta$ 为空气中的掠入射角度；利用X射线衍射仪测量纳米级多层膜的掠入射反射率曲线 $R'=R'(\theta)$ ；

(2) 采用遗传算法，用函数 $R(d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma, \theta)$ 拟合实测样品的X射线掠入射反射率曲线 $R'(\theta)$ ，给定拟合参数的范围，根据最小二乘原理，建立评价函数：

$$FOM(d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma) = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M [\lg(R'(\theta_i)) - \lg(R(\theta_i))]^2$$

其中M为采样点数，i为采样点代号；

利用遗传算法的高并行度搜索性求出多个极小值，然后比较多个极小值而稳定求出最小值，从而得出正确的结构参数。

2、根据权利要求1所述的纳米级多层膜结构的测量方法，其特征在于所述的遗传算法过程如下：

第一步，输入要拟合的 $d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma$ 的初始范围；  
第二步，在每个参数范围中随机选取选定个数，组成所选定的个数含有9个参数的矢量尝试解即个体，这些个数的个体总称为初始解群体，令迭代计数参数 $t=0$ ，评价函数设定值 $FOM\_set=$ 给定值，迭代退出设定值 $t\_set=$ 给定值；

第三步进入循环计算过程：首先，根据公式：

$$FOM(d1, d2, d3, d4, \rho1, \rho2, \rho3, \rho4, \sigma) = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M [\lg(R'(\theta_i)) - \lg(R(\theta_i))]^2$$

计算每个个体的评价函数 FOM，并令  $t=t+1$ ；然后判断是否满足循环退出条件： $FOM < FOM\_set$  或  $t > t\_set$ ；若满足，则退出循环，并将评价函数最小的个体作为最终的拟合结果输出；若不满足，将当前所有个体分别进行“选择”，“交叉”，“变异”操作，再次返回第三步，直到循环结束。

3、根据权利要求 2 所述的纳米级多层膜结构的测量方法，其特征在于：

(1) 在离子束溅射镀膜机上制备出 40 周期的 Mo/Si 多层膜，其中 Mo 层厚度为 2.64nm，Si 层厚度为 3.96nm；

(2) 利用 X 射线衍射仪测量该多层膜的掠入射反射率  $R'=R'(\theta)$ ，其中 X 射线波长为 0.154nm，工作模式为  $\theta$ -2 $\theta$  模式，测量角度范围为  $\theta$ : 0~5degree，扫描步长  $\theta_{step}=0.001degree$ ，探测器角分辨率： $\Delta\theta=0.016degree$ ；

(3) 建立 Mo/Si 双层结构多层膜的四层结构模型[Mo/MoSi<sub>2</sub>/Si/MoSi<sub>2</sub>]，根据公式

$$FOM(d1, d2, d3, d4, \rho1, \rho2, \rho3, \rho4, \sigma) = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M [\lg(R'(\theta_i)) - \lg(R(\theta_i))]^2$$

得到 X 射线掠入射反射率表达式  $R=R(d1, d2, d3, d4, \rho1, \rho2, \rho3, \rho4, \sigma, \theta)$ ，建立如公式

$$FOM(d1, d2, d3, d4, \rho1, \rho2, \rho3, \rho4, \sigma) = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M [\lg(R'(\theta_i)) - \lg(R(\theta_i))]^2$$

所示的评价函数；

采用遗传算法拟合该评价函数，根据具体拟合流程进行运算；第一步，输入要拟合的 9 个参数的初始范围： $d1$  为 1~4nm， $d2$  为 0.3~1.2nm， $d3$  为

1~4nm,  $d_4$  为 0.1~0.9nm,  $\rho_1$  为 8~10.2g/cm<sup>3</sup>,  $\rho_2$  为 5.5~6.5g/cm<sup>3</sup>,  $\rho_3$  为 1.8~2.33g/cm<sup>3</sup>,  $\rho_4$  为 5.5~6.5g/cm<sup>3</sup>,  $\sigma$  为 0~0.5nm; 第二步, 在每个参数范围中随机选取 100 个数, 组成 100 个含有 9 个参数的矢量尝试解, 这 100 个个体总称为初始解群体, 令迭代计数参数  $t=0$ , 评价函数设定值  $FOM\_set=1e-9$  (此处为科学计数法, 代表 0.000000001), 迭代退出设定值  $t\_set=100$ ; 第三步进入循环计算过程: 首先, 根据公式

$$FOM(d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma) = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M [\lg(R'(\theta_i)) - \lg(R(\theta_i))]^2$$

计算每个个体的评价函数 FOM, 并令  $t=t+1$ ; 然后判断是否满足循环退出条件:  $FOM < FOM\_set$  或  $t > t\_set$ ; 若满足, 则退出循环, 并将评价函数最小的个体作为最终的拟合结果输出; 若不满足, 将当前所有个体分别进行“选择”, “交叉”, “变异”操作, 再次返回第三步, 直到循环结束。

## 一种纳米级多层膜结构的测量方法

### 技术领域

本发明属于光学测量技术领域，涉及利用 X 射线掠入射反射率测量膜复杂结构参数，具体地说是一种纳米级多层膜结构的测量方法。

### 技术背景

当前，利用 X 射线掠入射反射率表征多层膜结构的方法中，能够表征的结构参数包括：层厚度和密度，以及界面粗糙度  $\sigma$ 。日本理学期刊公开了一种测量方法 (I.Kojima and B.Li, The Rigaku Journal, Vol.16, No.2, 31~41(1999))，其原理如下：多层膜 X 射线掠入射反射率与多层膜结构的关系如公式 (1) 所示：

$$R = |r_{12}|^2 * Gauss(\theta)$$

其中,  $r_{12}$ 由如下递推公式计算

$$r_{j,j+1} = \frac{r_{j+1,j+2} + F_{j,j+1}}{r_{j+1,j+2} \times F_{j,j+1} + 1} a_j^4$$

$$F_{j,j+1} = \frac{g_j - g_{j+1}}{g_j + g_{j+1}} \exp\left(-\frac{8\pi^2 g_j g_{j+1} \sigma_{j+1}^2}{\lambda^2}\right)$$

$$a_j = \exp(-i\pi g_j d_j / \lambda) \quad (1)$$

$$g_j = \sqrt{n_j - \cos^2 \theta}$$

$$n_j = 1 - \delta_j - i\beta_j = 1 - \frac{r_e \lambda^2}{2\pi} \rho_j \frac{\sum_p x_p f_p}{\sum_p x_p A W_p}$$

$$Gauss(\theta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}(\Delta\theta)} \exp\left(-\frac{\theta^2}{2(\Delta\theta)^2}\right)$$

式中\*代表卷积运算， $\theta$  是空气中的掠入射角， $\lambda$  是入射波长， $r_e$ 是经典电子半径， $i$  是虚数单位， $j$  代表第  $j$  个膜层， $d_j$ ,  $\rho_j$ ,  $\sigma_j$  分别是第  $j$  层的厚度，

密度和界面粗糙度,  $x_p$ ,  $AW_p$ ,  $f_{12,p}$  分别表示第  $j$  层材料的分子式中第  $p$  种元素的原子数百分比, 原子量和原子散射因子。于是, X 射线掠入射反射率可以写成多层膜结构参数的函数:  $R=R(d_1, d_2, \rho_1, \rho_2, \sigma, \theta)$ , 拟合评价函数为:

$$FOM(d_1, d_2, \rho_1, \rho_2, \sigma) = \frac{1}{M} \sum [\lg(R'(\theta)) - \lg(R(\theta))]^2, \text{ 其中}$$

$d_1, d_2, \rho_1, \rho_2, \sigma$  分别表示两种膜层材料的厚度, 密度和界面粗糙度,  $M$  为采样点数。因峰谷的测量噪声很大, 将有效采样范围限制在反射峰半宽度以上的点。采用常规极小化算法求此评价函数关于各结构参数的最小值, 所得结构参数即为所求。

然而在实际应用中, 由于膜层间的扩散使得层间结构偏离简单的、即突变的层间结构模型, 因此需要考虑扩散层。以等周期 Mo/Si 双层结构多层膜为例, 考虑扩散层后, 需要使用四层结构模型来描述, 如图 1 所示。这里, 简单结构模型为周期内 [Mo/Si] 双层结构, 详细结构模型为周期内 [Mo/MoSi<sub>2</sub>/Si/MoSi<sub>2</sub>] 四层结构。因此需要拟合的参数成倍增长, 包括: Mo 层厚度  $d_1$  和密度  $\rho_1$ , MoSi<sub>2</sub> 层厚度  $d_2$  和密度  $\rho_2$ , Si 层厚度  $d_3$  和密度  $\rho_3$ , MoSi<sub>2</sub> 层厚度  $d_4$  和密度  $\rho_4$ , 以及界面粗糙度  $\sigma$ 。拟合参数的增加造成评价函数的高阶非线性化, 使得采纳的初始值要很接近真值, 否则通常陷于局部极小值而使拟合失败, 甚至得出完全错误的结果。所以这种方法只能用于简单的突变双层结构模型, 对于缓变或者说是扩散型双层结构无能为力。

### 发明内容

为了解决实际当中扩散型膜层结构求解困难的问题, 本发明提出膜层间的扩散层结构模型及其膜层结构参数的测量方法, 目的是提供一种纳米级多层膜结构的测量方法, 使 X 射线掠入射反射率测量结果能够精确表征纳米级

多层膜结构。

本发明的具体步骤如下：

1. 以双层结构多层膜为例建立周期内 [M1/M2/M3/M4] 四层结构模型，将其 X 射线掠入射反射率写成多层膜结构参数的函数  $R=R(d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma, \theta)$ 。其中， $d_1$ 、 $\rho_1$  为 M1 层厚度和密度， $d_2$ 、 $\rho_2$  为 M2 层厚度和密度， $d_3$ 、 $\rho_3$  为 M3 层厚度和密度， $d_4$ 、 $\rho_4$  为 M4 层厚度和密度， $\sigma$  为界面粗糙度， $\theta$  为空气中的掠入射角度。利用 X 射线衍射仪测量纳米级多层膜的掠入射反射率曲线  $R' = R'(\theta)$ 。

2. 采用遗传算法用函数  $R(d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma, \theta)$  拟合实测样品的 X 射线掠入射反射率曲线  $R'(\theta)$ 。

将拟合方式中的常规极小化算法改为遗传算法，遗传算法不需要精确的初始值，只需给定拟合参数的范围。根据最小二乘原理，建立评价函数：

$$FOM(d_1, d_2, d_3, d_4, \rho_1, \rho_2, \rho_3, \rho_4, \sigma) = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M [\lg(R'(\theta_i)) - \lg(R(\theta_i))]^2 \quad \dots (2)$$

利用遗传算法的高并行度搜索性就能求出多个极小值，然后比较多个极小值而稳定求出最小值，从而得出正确的结构参数，避免了常规极小化拟合易陷入局部极小值的问题。

此方法可比背景技术中的方法所得总体拟合偏差降低一个数量级。

### 附图说明

图 1 是 Mo/Si 多层膜从简单的双层结构模型到四层结构模型的示意图。

图 2 是测量多层膜 X 射线掠入射反射率的光路图。其中，1 是 X 射线源，2 是多层膜样品，3 是 X 射线探测器，X 和 Z 代表坐标轴， $\theta$  代表入射角度、 $2\theta$  代表出射角度。

图3是本发明中用于四层结构拟合的遗传算法流程图。

图4是使用背景技术和本发明分别所得多层膜结构计算的X射线掠入射反射率与实测结果的对比图。

### 具体实施方式

1. 在离子束溅射镀膜机上制备出40周期的Mo/Si多层膜,其中Mo层厚度为2.64nm, Si层厚度为3.96nm。

2. 利用X射线衍射仪测量该多层膜的掠入射反射率 $R'=R'(\theta)$ ,光路如图2所示。其中X射线波长为0.154nm,工作模式为 $\theta$ -2 $\theta$ 模式,测量角度范围为 $\theta$ :0~5degree,扫描步长 $\theta_{step}=0.001degree$ ,探测器角分辨率: $\Delta\theta=0.016degree$ 。

3.建立Mo/Si双层结构多层膜的四层结构模型[Mo/MoSi<sub>2</sub>/Si/MoSi<sub>2</sub>],根据公式(1)得到X射线掠入射反射率表达式 $R=R(d_1,d_2,d_3,d_4,\rho_1,\rho_2,\rho_3,\rho_4,\sigma,\theta)$ ,建立如公式(2)所示的评价函数。采用遗传算法拟合该评价函数,其具体拟合流程如图3所示。第一步,输入要拟合的9个参数的初始范围: $d_1$ 为1~4nm, $d_2$ 为0.3~1.2nm, $d_3$ 为1~4nm, $d_4$ 为0.1~0.9nm, $\rho_1$ 为8~10.2g/cm<sup>3</sup>, $\rho_2$ 为5.5~6.5g/cm<sup>3</sup>, $\rho_3$ 为1.8~2.33g/cm<sup>3</sup>, $\rho_4$ 为5.5~6.5g/cm<sup>3</sup>, $\sigma$ 为0~0.5nm。第二步,在每个参数范围中随机选取100个数,组成100个含有9个参数的矢量尝试解(矢量尝试解也称为个体),这100个个体总称为初始解群体,令迭代计数值 $t=0$ ,评价函数设定值 $FOM\_set=1e-9$ (此处为科学计数法,代表0.000000001),迭代退出设定值 $t\_set=100$ 。第三步进入循环计算过程:首先,根据公式(2)计算每个个体的评价函数FOM,并令 $t=t+1$ ;然后判断此时是否满足循环退出条件: $FOM < FOM\_set$ 或 $t > t\_set$ ;若满足,则退出循环,并将评价函数最小的个体作为最终的拟合结果输出;若不满足,将当前所有个体分



别进行“选择”，“交叉”，“变异”操作，再次返回第三步，直到循环结束。

最后的拟合结果如图 4 所示，其中圆点代表实测 X 射线掠入射反射率值，实线代表采用本方法中四层结构的计算值，叉点代表采用双层结构的计算值。

四层结构模型的 9 个拟合解为：

$$d_1=2.40\text{nm}, d_2=0.60\text{nm}, d_3=3.13\text{nm}, d_4=0.47\text{nm}, \rho_1=9.09\text{g/cm}^3,$$

$$\rho_2=6.02\text{g/cm}^3, \rho_3=2.33\text{g/cm}^3, \rho_4=6.02\text{g/cm}^3, \sigma=0.10\text{nm},$$

评价函数  $FOM=6.9e^{-7}$ 。

如果采用双层结构模型，将上面两个扩散层厚度  $d_2$ 、 $d_4$  平均分给  $d_1$ 、 $d_3$  作为两层膜厚度初始值，然后以双层结构模型拟合所得评价函数  $FOM=1.7e^{-5}$ ，看出采用双层结构模型，即使给出最合理的初始值，也会使评价函数、即拟合偏差升高一个数量级以上，说明四层结构模型是更精确的。

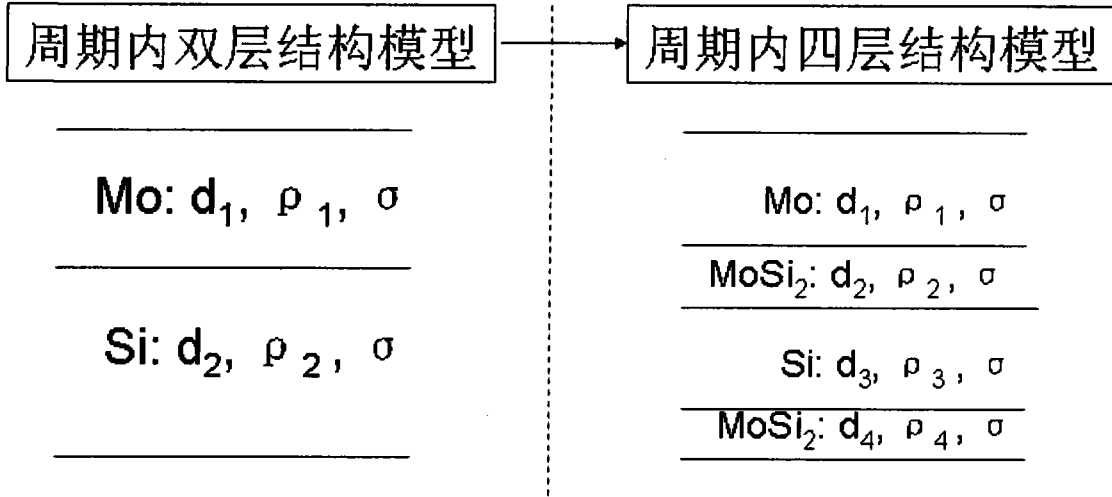


图 1

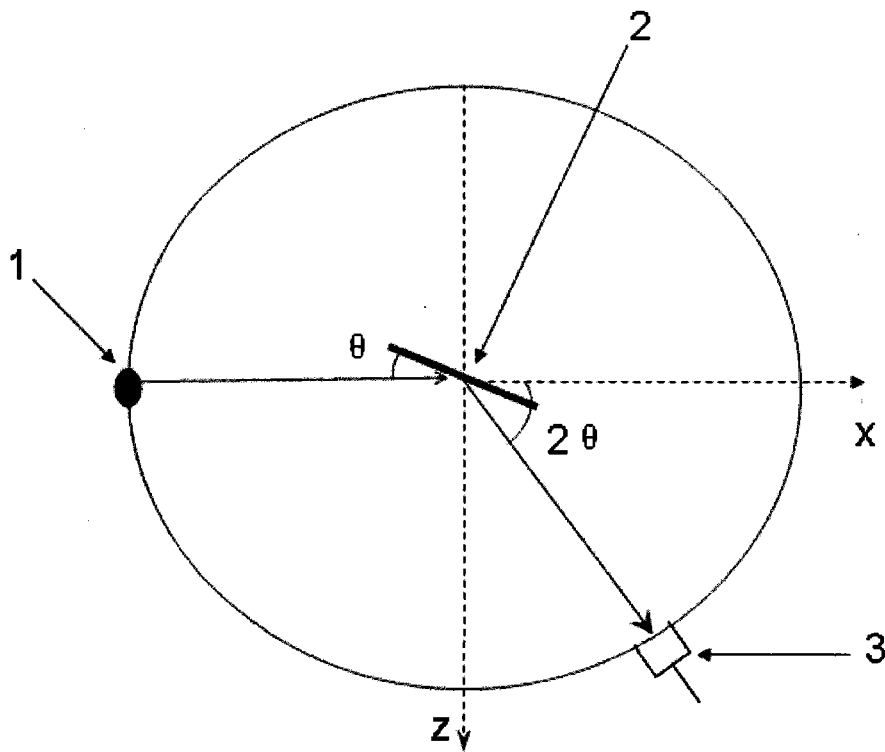


图 2

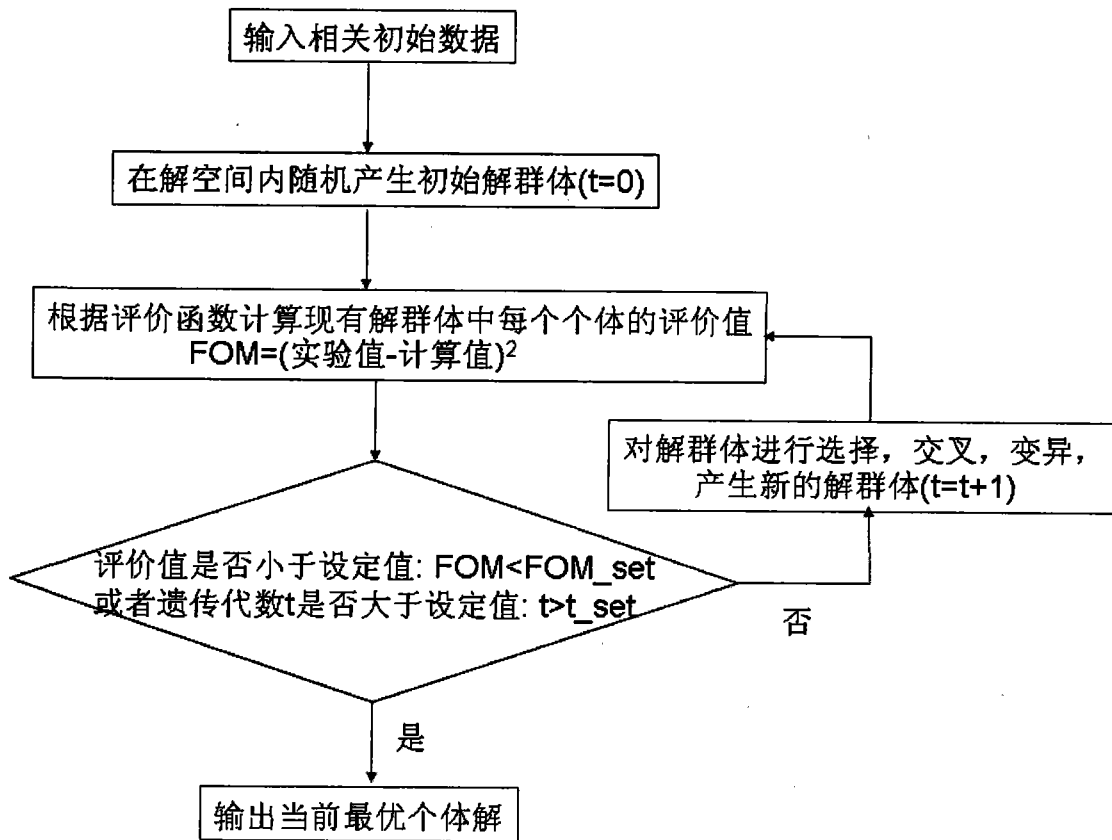


图 3

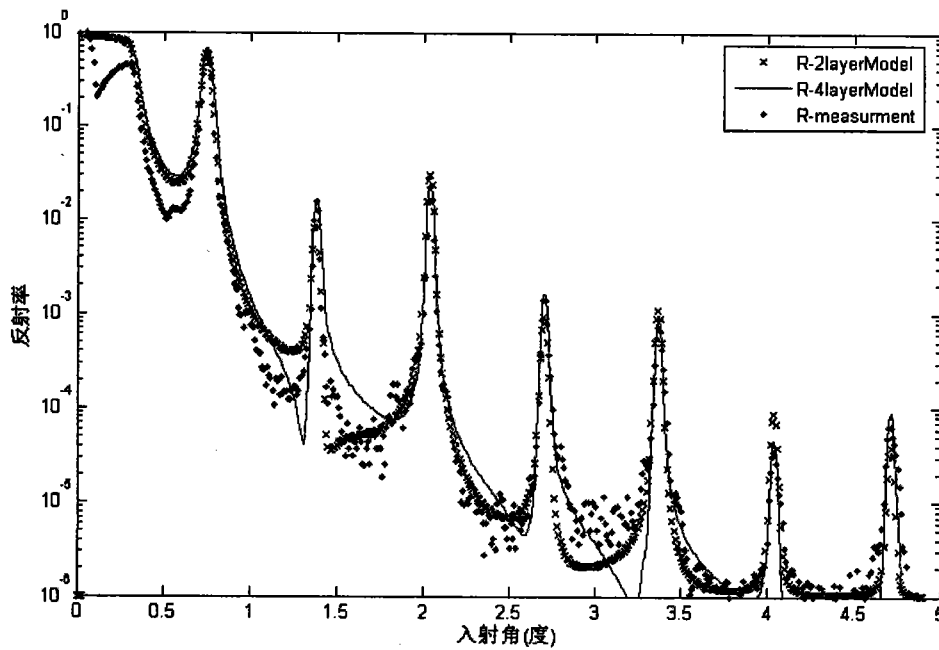


图 4