

CONSTRUCCIÓN DE UN INSTRUMENTO PARA CALIBRACIÓN DE REJILLAS DE DIFRACCIÓN

Eduardo F. Herrera M. y Miguel Viliesid A.

Centro Nacional de Metrología, CENAM, División de Metrología Dimensional
km 4.5 carretera a Los Cúes, Municipio El Marqués, Querétaro, México

Teléfono +52 (442) 2110500 al 04 ext. 3288, fax +52 2110577 y eherrera@cenam.mx

Resumen: Las rejillas de difracción son utilizadas para calibrar longitudes de onda de fuentes luminosas y como escala micrométrica para mediciones en microscopía óptica y electrónica. En este artículo se presenta el desarrollo de un instrumento para calibración de dichas rejillas. El instrumento se basa en el fenómeno de difracción de la luz y fue desarrollado aprovechando equipo existente en la división de metrología dimensional del CENAM. La calibración consiste en la determinación del paso entre trazos de la rejilla. Esta se puede lograr mediante difractometría si se utiliza una luz monocromática, se conoce su longitud de onda y se mide el ángulo de difracción.

En una etapa previa que ya fue reportada en [1], se desarrolló el dispositivo de medición angular. Posteriormente se implemento un sistema mediante una cámara CCD y se automatizó la medición, se afinó la construcción del instrumento y se desarrolló un procedimiento de calibración. Finalmente, se caracterizó el sistema obteniéndose resultados satisfactorios que se presentan en este artículo. Se incluye una breve presentación del principio de medición y su modelo del que se deriva el análisis de incertidumbre de calibración. Finalmente, se discuten los resultados obtenidos comparados con los valores estipulados por el fabricante o los obtenidos mediante la medición de las rejillas con un *AFM*.

Palabras clave: Rejillas de difracción, difractómetro, patrón de difracción, mesa rotatoria, ángulo, *AFM*.

1. INTRODUCCIÓN

Como primera incursión en el área de la nanometrología, la División de Metrología Dimensional (DMD) del CENAM construyó un difractómetro para calibración de rejillas de difracción similar al descrito en [2-4]. Con la importancia que está tomado la nanotecnología en estos últimos tiempos, es de vital importancia la calibración dimensional de estos patrones con trazabilidad a la definición del metro.

Las rejillas de difracción¹ cuentan con trazos paralelos y regulares separados una distancia p y difractan la luz de acuerdo a la longitud de onda incidente, como se muestra en la figura 1. Éstas son producidas por grabado con una herramienta muy fina, por métodos de fotolitografía o de holografía. Asimismo las hay refractivas y reflexivas.

El proyecto comprendió, en una primera etapa, el desarrollo del sistema de control CNC de la mesa rotatoria indexada así como la recuperación de sus lecturas de ángulo. Para ello se desarrollaron las tarjetas electrónicas, el *software* de control y se

¹ Algunos autores llaman a este tipo de instrumentos difractómetros para calibración de rejillas de difracción.

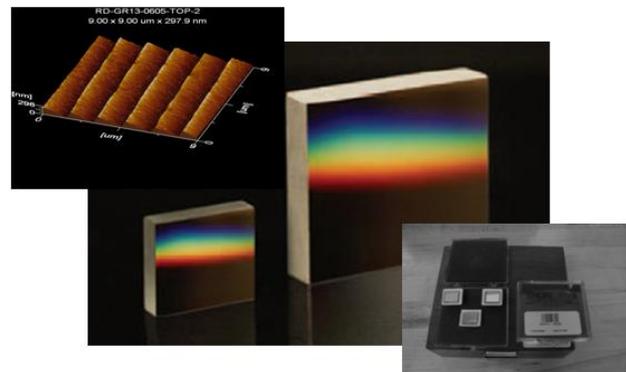


Fig. 1 Rejillas de difracción

efectuaron las pruebas de funcionamiento correspondientes. Asimismo, se fabricaron las monturas mecánicas necesarias para la fijación de los diversos componentes ópticos y para la alineación y centrado de la rejilla bajo calibración. Por último, se efectuó la calibración de la mesa giratoria mediante una mesa indexada de alta exactitud y un autocolimador. Esta etapa está descrita a detalle en la referencia [1].

En una segunda etapa, se desarrolló el software de análisis de la intensidad luminosa de la señal recibida por la CCD que proporciona la señal de

disparo que finalmente da la lectura del ángulo de difracción y el correspondiente valor del paso p .

La tercera etapa consistió en la prueba de funcionamiento del instrumento y la medición de algunas rejillas de paso conocido. La prueba de funcionamiento comprendió pruebas de repetibilidad y reposicionamiento utilizando la cámara CCD.

Finalmente, se procedió a estimar la incertidumbre de calibración de las rejillas considerando las especificaciones de los componentes, los valores de repetibilidad y reproducibilidad experimental obtenidos, la incertidumbre de la mesa giratoria y otras fuentes de error que intervienen. Los resultados muestran ser equivalentes con los valores enunciados por el fabricante dentro de la incertidumbre final obtenida.

2. PRINCIPIO DE MEDICIÓN

De acuerdo al esquema de la figura 2 de una rejilla reflexiva, la ecuación que describe el fenómeno de difracción es la siguiente:

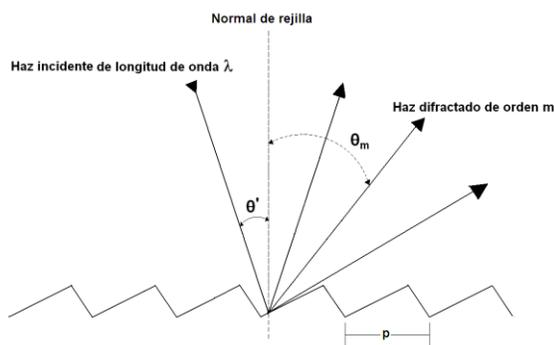


Fig. 2 Difracción de la rejilla

$$m \lambda = p (\sin \theta_m + \sin \theta') \quad (1)$$

Donde: λ es la longitud de onda del haz de luz monocromática incidente,
 m es el orden de difracción (número entero),
 θ' es el ángulo del haz incidente respecto a la normal a la rejilla,
 θ_m es el ángulo del haz difractado de orden m respecto a la normal a la rejilla y
 p es el paso del patrón de la rejilla.

Si se gira la rejilla hasta obtener la condición de Littrow (ver [2]), es decir, cuando el ángulo del haz

incidente es igual al ángulo del haz difractado de orden m , $\theta' = \theta_m$, la ecuación anterior se puede expresar resolviendo para p como:

$$p = \frac{m \lambda}{2 \sin \theta_m} \quad (2)$$

De acuerdo a la ecuación anterior, es posible determinar el paso de la rejilla del anterior experimento si conocemos previamente la longitud de onda del haz y medimos el ángulo girado correspondiente al orden de difracción m .

Resolviendo para θ_m la ecuación 2, tenemos que se debe cumplir la siguiente condición para que se presente el fenómeno de difracción:

$$-1 \leq m\lambda/2p \leq 1 \quad (3)$$

De tal suerte que esto limita el número de órdenes de difracción posibles para una λ y una m dadas. En particular no se presentará difracción si p no es mayor a $\lambda/2$.

Para que se pueda hablar de una calibración, es necesario utilizar un patrón de referencia metrologicamente superior – de mayor exactitud – que sea trazable a la definición del metro. Este instrumento utiliza como patrón de longitud la longitud de onda del haz de luz la cual es trazable y conocida con una incertidumbre suficientemente baja. Adicionalmente, el instrumento mide ángulos mediante la mesa giratoria. Ésta también está calibrada con trazabilidad a la definición del metro.

3. DESCRIPCIÓN DEL INSTRUMENTO

El instrumento desarrollado se muestra en la figura 3 y esquemáticamente en la figura 4. Consta de una mesa giratoria a índice que mide el ángulo, un láser como fuente luminosa monocromática², un divisor de haz, una cámara CCD, una computadora con software desarrollado que controla el movimiento de la mesa, analiza la intensidad de la señal luminosa, captura las lecturas de ángulo y finalmente, calcula el paso p de la rejilla.

La rejilla se monta al centro de la mesa y se le hace incidir el haz del láser. La cámara CCD recoge la señal reflejada por la rejilla, previamente centrada y

² Puede utilizar dos láseres de longitudes de onda distintas, uno verde (543 nm) y uno rojo (633 nm).

alineada con respecto a la mesa giratoria. La mesa empieza a girar automáticamente y la intensidad luminosa de la señal recibida por la CCD es analizada. En el punto donde encuentre la intensidad máxima se detiene y toma la lectura del ángulo girado. Éste corresponde al ángulo de difracción de orden m . El instrumento permite encontrar varios órdenes de difracción sucesivos en forma automática no obstante estar limitado por la intensidad luminosa decreciente a medida que aumenta el orden de difracción. Para fines prácticos, no se pueden determinar más de 4 órdenes de difracción.



Fig. 3 Aspecto del instrumento desarrollado.

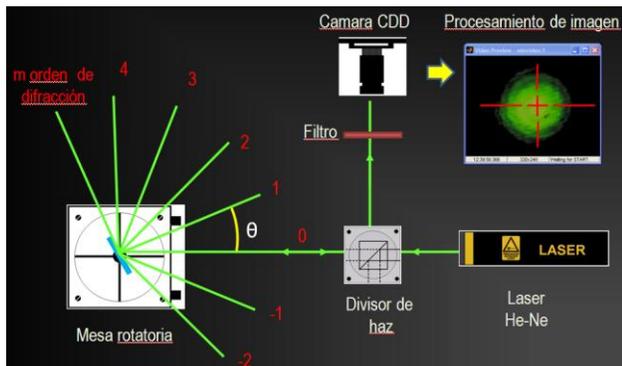


Fig. 4 Esquema del difractómetro desarrollado.

4. MONTAJE Y ALINEACIÓN DEL SISTEMA ÓPTICO Y DE LA REJILLA

Dado que una parte importante de esta medición, de acuerdo a la ecuación 2 es la medición del ángulo, es importante alinear y centrar debidamente la rejilla y la óptica con objeto de minimizar los errores en la medición de éste. La figura 5 muestra la montura

instalada al centro de la mesa donde se coloca la rejilla. La montura tiene 4 grados de libertad las traslaciones y y z y las rotaciones x y y de acuerdo a la figura 5. La óptica es previamente ajustada para centrar el haz en y respecto al centro de giro de la mesa giratoria. Asimismo se ajusta la montura para centrarla en x previamente.

En seguida se debe centrar y alinear la rejilla a calibrar. Se centra simplemente colocándola en su montura y haciendo incidir el haz en su centro pues ambos fueron previamente ajustados. La alineación acimutal se hace a ojo girando el ajuste de rotación en y . Lo más importante es el ajuste de los trazos de la rejilla respecto a la dirección de giro de la mesa, se observa el desplazamiento en dirección vertical de la imagen (ver figura 6 b)) de cada uno de los órdenes de difracción al girar la mesa y se acciona el ajuste de rotación en la dirección x hasta lograr que todos queden aproximadamente a la misma altura.

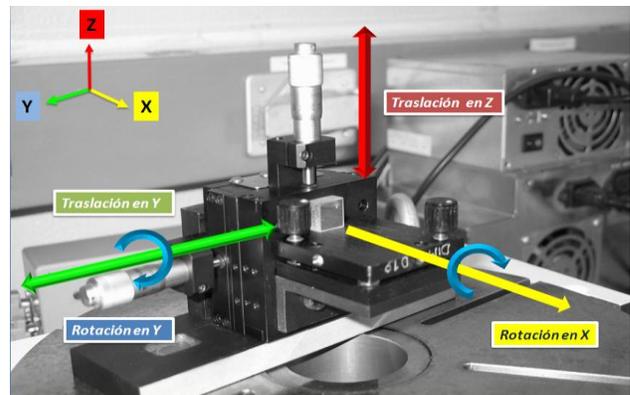


Fig. 5 Montura de rejilla.

5. UTILIZACIÓN DE LA CCD COMO DETECTOR DE NULOS

La figura 6 a) muestra la imagen tal y como la captura la cámara CCD. Dado que esta señal presenta mucho ruido, se somete a un filtrado por correlación con una curva de intensidad luminosa de forma gaussiana. La imagen filtrada es la que se observa en la figura 6 b). De esta imagen, se calcula el centro como el punto de intensidad máxima al que corresponden determinadas coordenadas (x,y) de la matriz de pixeles el cual es fijado como referencia. A continuación se gira la mesa y, al encontrar el orden de difracción seleccionado, se busca centrar esta nueva imagen exactamente en el mismo punto de referencia. La ventaja de este método es que la CCD se utiliza como detector de

nulos, no requiere ser de alta calidad y no necesita ser calibrada.

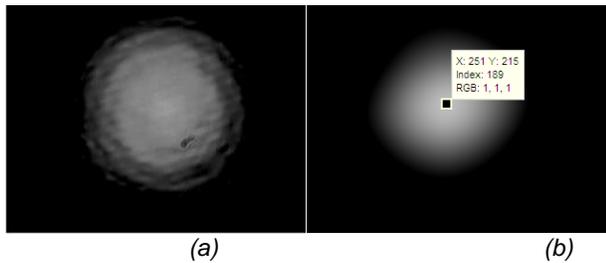


Fig. 6 (a) imagen del orden 0 de difracción capturada por CCD. (b) Imagen del orden 0 de difracción aplicando correlación normalizada cruzada.

6. INCERTIDUMBRE DE CALIBRACIÓN

De acuerdo al modelo de medición de la ecuación 2, la incertidumbre expandida del paso p está dada por:

$$U_p = 2 \sqrt{c_\lambda^2 u_\lambda^2 + c_{\theta_m}^2 u_\theta^2} \approx 2 c_{\theta_m} u_\theta \quad (4)$$

En la discusión ulterior se explica por qué se puede aproximar al cálculo del miembro de la derecha de la expresión. Considerando esta última expresión simplificada, el coeficiente de sensibilidad está dado, ya sea en función de θ_m o de p , por:

$$c_\theta = \frac{\partial p}{\partial \theta} = -\frac{m \lambda \cos \theta_m}{2 \sin^2 \theta_m} = \frac{p}{m\lambda} \sqrt{4p^2 - m^2 \lambda^2} \quad (5)$$

Nótese que c_θ varía en forma aproximadamente inversa al orden de difracción m de tal suerte que cuanto más grande sea el orden de difracción (o cuanto más grande sea el ángulo θ_m de difracción correspondiente), menor será el término de su incertidumbre. Sin embargo, la intensidad de la señal difractada, dada por la integral de Fraunhofer [5], disminuye rápidamente con el orden de difracción. Además, tiene una componente periódica donde los órdenes de difracción pares tiene una intensidad mucho menor. Estas señales progresivamente débiles dificultan la detección por parte de la CCD y la discriminación de la señal del ruido de fondo. En la práctica y para la sensibilidad de la cámara utilizada encontramos recomendable que θ_m sea mayor a 5° y que el orden de difracción no sea superior a 7. Por otro lado, se estima el valor

de p como la media ponderada por la incertidumbre de los órdenes de difracción seleccionados.

Se analiza el caso de una rejilla de $3.33 \mu\text{m}$ de paso iluminada con un láser verde con λ de 543 nm . En este caso se obtienen teóricamente 12 órdenes de difracción. Para el cálculo del paso p se consideran los primeros 4 órdenes de difracción impares. En la figura 7 se muestra simultáneamente la variaciones relativas de U_p y la de la intensidad luminosa $I(\theta)/I_0$.

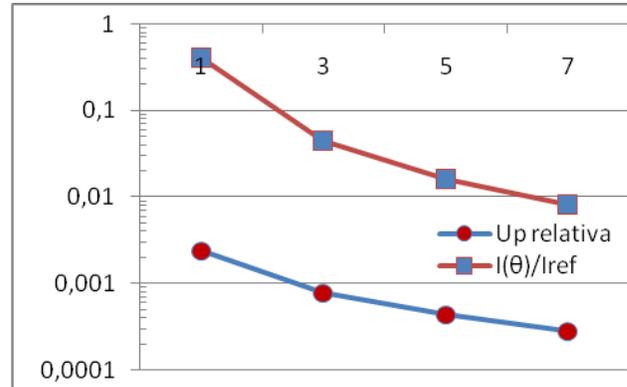


Fig. 7 Variación de la incertidumbre y de la intensidad luminosa relativas, $U_p \text{ rel}$ y $I(\theta)/I_0$ respectivamente, en función del orden de difracción m de una rejilla de paso $p=3.33 \mu\text{m}$ iluminada con un láser verde con $\lambda=543 \text{ nm}$ para los 4 órdenes de difracción seleccionados, $m=1, 3, 5, 7$.

Tabla 1. Presupuesto de incertidumbres para el 3° orden de difracción de una rejilla de $5.33 \mu\text{m}$ de paso iluminada por un láser de 543 nm .

x	u_x	$\frac{\partial p}{\partial X}$	Varianzas	Cont. (%)
λ	$1.1 \times 10^{-12} \text{ m}$	6.13	4.45×10^{-23}	0.0027
θ	$9.7 \times 10^{-5} \text{ rad}$	-1.32×10^{-5}	1.64×10^{-18}	99.9973
$u^2 =$			1.64×10^{-18}	100.0000

$U_p =$	$2.56 \times 10^{-9} \text{ m}$
$U_p \text{ rel} =$	7.69×10^{-4}

En la tabla 1 se muestra el presupuesto de incertidumbres de este caso para el 3° orden de difracción, a manera de ejemplo, considerando la expresión central de la ecuación 3. Se consideró el uso de un láser no estabilizado cuya incertidumbre en frecuencia se estima en $u_\lambda \approx 100^{-12}m$ lo que corresponde a una incertidumbre relativa de 2×10^{-6} . Esta incertidumbre en frecuencia es suficientemente baja para que la contribución del término de λ resulte despreciable. Esto sucede en forma general para cualquier paso p , cualquier orden de difracción y cualquier frecuencia de iluminación de tal suerte que la ecuación 3 se reduce a la expresada del miembro derecho de la misma ecuación.

Por otro lado, si bien el término debido a λ en la ecuación 3 es despreciable, la incertidumbre de la medición del ángulo θ_m gobierna el presupuesto de incertidumbres por lo que esta determinación es crítica. La tabla 2 muestra el presupuesto de incertidumbres para el instrumento construido considerando un modelo aditivo de errores³.

Tabla 2. Presupuesto de incertidumbres para la medición de ángulo del instrumento

Fuente i	u_i (")	u_i^2 (") ²	Cont. (%)
Mesa giratoria a índice	4.13	17.04	25.33
Puesta a cero	2.89	8.33	12.39
Resolución	2.89	8.33	12.39
Reposicionamiento CCD	0.50	0.24	0.36
Alineación centrado y	5.78	33.33	49.54
$u^2 =$		67.28	100.00

$$U_0 = 16.4''$$

Del presupuesto previo, se observa que si bien todos los contribuyentes son importantes, es posible mejorar todavía la medición si se perfeccionan los dispositivos y métodos de alineación y centrado de la rejilla en el instrumento.

7. RESULTADOS

La figura 8 muestra los resultados obtenidos para la rejilla antes mencionada de 3.33 μm con los láser

³ De la forma: $x_m = x_p + e_1 + e_2 + \dots$; donde x_m es la magnitud medida, x_p es la del patrón de referencia y las e_i son los errores considerados.

verde (543 nm) y rojo (633 nm) comparados con el valor estipulado por el fabricante. Adicionalmente, se agregó una medición efectuado con el AFM⁴ del CENAM (la figura 9 muestra una imagen de la región analizada de esta rejilla obtenida con el AFM). Si bien la incertidumbre de este último no la tenemos todavía caracterizada y la del fabricante la desconocemos, podemos observar que los resultados corresponden adecuadamente.

Se efectuaron las mismas mediciones con otras dos rejillas de 1.66 μm y de 834 nm. Los resultados se muestran en las figuras 10 y 11. En estos dos casos la coincidencia con la medición del AFM fue menos buena. En la discusión ulterior explicamos cuáles pueden ser las causas de esto. Sin embargo, la coincidencia con los valores del fabricante para la de 833 nm fue bastante buena. En el caso de la de 1.66 μm la coincidencia fue menos buena en particular con el láser verde. Lo atribuimos a posibles errores de alineación y centrado. Tenemos considerado hacer adecuaciones al dispositivo de fijación de la rejilla para corregir estos errores.

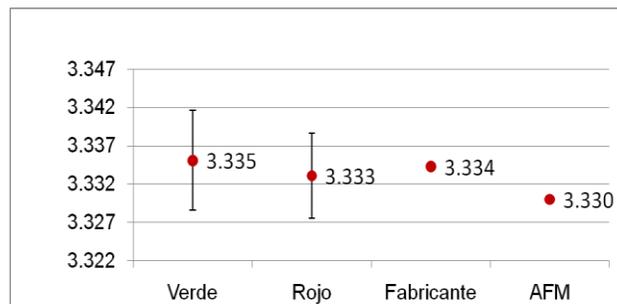
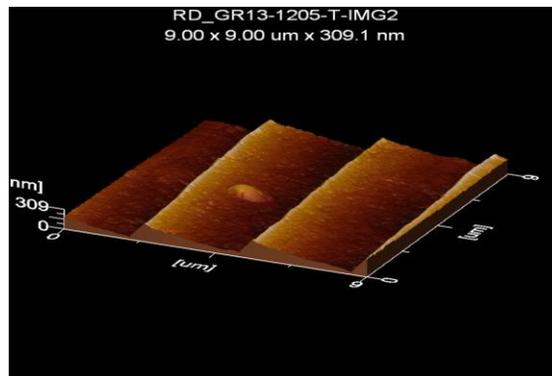


Fig. 8 Resultados obtenidos con los láser verde (543 nm) y rojo (633 nm) comparados con los valores del fabricante y de la medición efectuada con el AFM para la rejilla de 3.33 μm .



⁴ Del inglés, Atomic Force Microscope.

Fig. 9 Imagen obtenida de rejilla con paso de 3.33 μm .

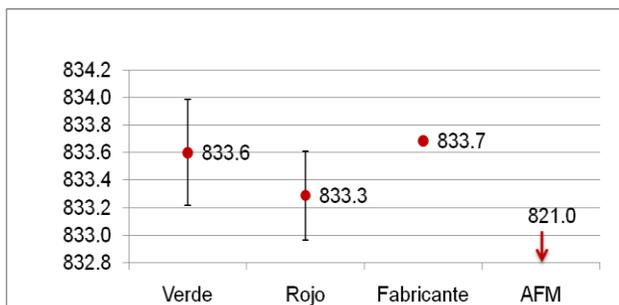


Fig. 10 Resultados obtenidos con los láser verde (543 nm) y rojo (633 nm) comparados con los valores del fabricante y de la medición efectuada con el AFM para la rejilla de 833 m.

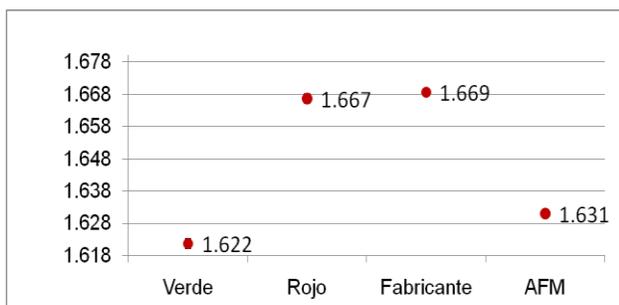


Fig. 11 Resultados obtenidos con los láser verde (543 nm) y rojo (633 nm) comparados con los valores del fabricante y de la medición efectuada con el AFM para la rejilla de 1.66 μm .

8. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

- La calibración de rejillas de difracción mediante difractometría es la forma natural de lograr trazabilidad a la unidad de longitud de estos patrones. El dispositivo es relativamente sencillo de implementar y de operar. En el CENAM, se logra con la mayor parte de los componentes y dispositivos ya existentes.
- La automatización de la medición es perfectamente viable con las tecnologías disponibles actualmente a un costo moderado. La automatización reduce el tiempo invertido en medir, aumenta la repetibilidad y reduce la incertidumbre de las mediciones.
- En la ecuación 3 el término correspondiente a la incertidumbre del láser resulta despreciable. En

efecto, la incertidumbre de un láser sin estabilizar no varía hasta el sexto dígito⁵ como se explica en [6] lo que hace que, para este tipo de aplicación, no es necesario efectuarla con un láser estabilizado lo cual pudiese parecer, en primera instancia, paradójico pues, efectivamente el láser no requiere de calibración.

- El presupuesto de incertidumbres depende directamente de la medición de ángulo. La variación del coeficiente $c_{\theta m}$ con el ángulo hace que se privilegien los ángulos grandes y los órdenes de difracción superiores. Esto está limitado no obstante, por la intensidad luminosa la cual disminuye a medida que el orden de difracción aumenta.
- La mesa rotatoria utilizada con resolución de 10" y una incertidumbre de medición de 16" resulta perfectamente adecuada para calibrar rejillas con una incertidumbre relativa de 10^{-4} (correspondiente a alrededor de 1 nm) cuando menos.
- La calibración de las rejillas con dos longitudes de onda garantizan la evaluación y la validación del sistema y la correcta medición en el cálculo de paso de la rejilla. Por otro lado, es recomendable contar con láseres de diferentes frecuencias no solo para confirmar las mediciones, sino para poder utilizar la o las frecuencias más adecuadas para cada paso, es decir, que se dé el fenómeno de difracción y que se obtenga un número adecuado de órdenes de difracción.
- En cuanto a la correspondencia de resultados entre este instrumento y el AFM, cabe mencionar que aunque existe una relación cercana entre los mensurandos por ambas técnicas, estos no son los mismos. La medición mediante el AFM es la medición de una región muy pequeña de la rejilla sobre una trayectoria que abarca, cuando mucho unas decenas de trazos. La medición por difractometría es el promedio de tantos trazos como quepan en el diámetro del haz utilizado. Para un haz de 0.5 mm de diámetro y una rejilla de 3.33 μm , se abarcan 150 trazos; para una de

⁵ Sobra mencionar que hay que efectuar los cálculos con los 6 dígitos del valor de la frecuencia y no con el valor nominal aproximado que se ha estado mencionando a lo largo de este artículo.

1.66 μm , se abarcan 300 trazos; y para una de 833 nm, se abarcan 600 trazos. Si la rejilla es perfectamente regular, los mensurandos deben de coincidir, pero a medida que aparecen irregularidades en el paso, los mensurandos varían.

- El éxito de este proyecto nos invitó a diseñar un difractómetro de segunda generación el cual contará con un diseño optimizado, será más económico y más compacto y posiblemente pueda ser promovido entre los laboratorios de microscopía para que puedan calibrar ellos mismos sus rejillas de difracción.

REFERENCIAS

- [1] Eduardo F. Herrera, Miguel Viliesid A. Habilitación de una mesa rotatoria de una CMM como un instrumento independiente de medición de ángulo, ID74, 1er Congreso de Metrología Mecánica, 2008, Brasil.
- [2] Pekelsky J. R., Eves B. J., et al, Imaging laser diffractometer for traceable grating pitch calibration, Measurement Science and Technology 18 (2007) 375-383, UK.
- [3] Buhr E., Michaelis W., et al., Multi-wavelength VIS/UV optical diffractometer for high-accuracy calibration of nano-scale pitch standards, Measurement Science and Technology 18 (2007) 667-674, UK.
- [4] Meli F., Thalmann, R., et al, High precision pitch calibration of gratings using laser diffractometry, Proc. Of 1st Int. Conf. On Precision Engineering and Nanotechnology, P. McKeown et al Editors, 1999, Bremen.
- [5] Hecht - Zajac. Óptica, Addison-Wesley Iberomaericana S.A., México, 1986.
- [6] Stone J. A., Decker J.E., Gill P., Juncar P. Lewis A., Rovera G.D., Viliesid M., Advice from the CCL on the use of unstabilized lasers as standards of wavelength: the helium-neon laser at 633nm, Metrología, 46, n° 1, 11-18.