

硅球密度绝对测量

罗志勇^①, 赵克功^①, 张继涛^②, 陈赤^①

① 中国计量科学研究院, 北京 100013;

② 清华大学精密仪器与机械学系, 北京 100084

E-mail: luozhy@nim.ac.cn

2011-12-29 收稿, 2012-03-15 接受

国家科技支撑计划(2006BAF06B06)资助

摘要 单晶硅球密度的绝对测量是阿伏加德罗常数测量的关键技术, 是目前国际热点研究领域. 本文综述了包括我国在内的国际单晶硅球密度测量的最新进展, 涉及硅球密度测量的技术原理、测量领域、影响因素、测量装置及最佳测量能力等, 分析了硅球密度测量的主要难点和关键技术, 预测了相关研究的技术前景及发展趋势.

关键词

阿伏加德罗常数
硅球密度
相移干涉法
氧化层厚度
精密测量

质量基准——千克原器, 是现存 7 个基本量中唯一的实物基准, 国际上以自然常数为基础重新定义质量单位的工作正在紧锣密鼓的进行当中^[1-7]. 阿伏加德罗常数作为定义质量基准一种重要的潜在方法之一, 是以对单晶硅密度的精密绝对测量为基础的^[8-15]. 另一方面, 单晶硅球作为国家密度基准以其直接溯源到长度和质量基准的特点而具有极高的准确度, 其特征包括简单、理想的几何形状——球形、极低膨胀系数、稳定的物理化学性能和足够的机械强度等. 世界上绝大多数国家均采用单晶硅球作为其国家的密度基准^[16,17].

高准确度的密度测量方法包括基于阿基米德原理的静力称量, 即密度相对测量方法; 基于物体规则几何形体尺寸和质量测量的绝对方法. 球体是一种最简单的几何形状, 不仅易于加工而且易于测量, 因而成为精密体积测量理想对象. 单晶硅球密度的绝对测量必须准确测量硅球的质量和体积, 由于质量称量技术的迅速发展, 商业有效的质量比较仪已完全满足硅球质量准确度的测量要求, 因而单晶硅球密度绝对测量关键是对单晶硅球体积的准确测量. 国际上从 20 世纪 80 年代起就开始了球体积的精密测

量研究^[18-21], 本文将综述包括我国在内的国际单晶硅球密度绝对测量的技术路线和最新进展.

1 硅球的制造技术

精密球制造技术的关键在于碾磨, 碾磨包括切削、初磨、精磨和抛光过程. 精密球的两个主要技术指标——球度与表面光滑度, 不仅依赖球磨装置技术参数、控制工艺, 也与球的制造材料密切相关. 相比较于晶体等具有方向差异的材料, 各向同性的均质材料(如玻璃等)则容易实现更高的球面度和表面光滑度.

美国国家标准技术研究院(NIST)、德国技术物理研究院(PTB)、英国国家物理实验室(NPL)、中国航天精密机械研究所及澳大利亚联邦科学院(CSIRO)都具有较高的磨球技术, 其中澳大利亚 CSIRO 研制的自动磨球装置(图 1)^[21,22], 可实现对单晶硅球的高精度碾磨, 球度达到 30 nm, 球面光滑度达到 0.5 nm, 已完全可以满足阿伏加德罗常数研究的需要, 具有世界最高水平. 我国航天精密机械研究所基于人工的磨球技术也可实现单晶硅球 100 nm 的球度, 仅表面光滑度与国外先进水平仍有较大差距, 但完全可以

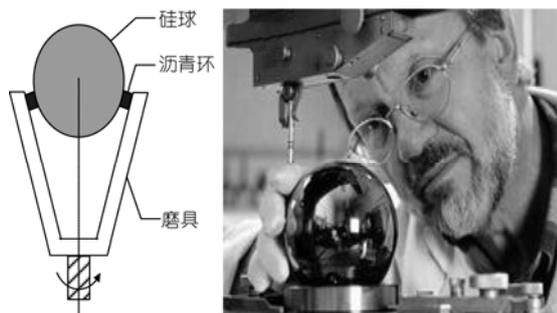


图1 硅球制造技术

用作国家密度基准。

2 相移算法

硅球直径测量是基于非接触相移方法实现的^[23-27]。

如图2所示,通过测量干涉仪标准板与硅球之间的距离 L_1 , L_2 及标准板的间距 L , 即可得到硅球直径 $D=L-L_1-L_2$ ^[28-33]。为此需要通过干涉条纹解调得到其位相, 实现方法为“相移法”: 通过人为改变 L , L_1 , L_2 的距离来得到不同位置处的干涉条纹, 再通过算法处理得到初始位置的位相。德国 PTB 采用他们自己导出的“四步相移算法”求解初始相位^[34]: 假设待解调相位为 φ , 单位移相步距 ε , 通常 ε 取 $\pi/4$, 则相位为 $\varphi-2\varepsilon$, $\varphi-\varepsilon$, $\varphi+\varepsilon$, $\varphi+2\varepsilon$ 处的光强 I_1, I_2, I_3, I_4 , 可得到

$$\tan^2 \varphi = \frac{(I_1 - I_4) \cdot (I_2 - I_3)}{(I_1 - I_3) \cdot (I_2 - I_4)} \quad (1)$$

但是需要避开(1)式中的算法“奇点”(分母为零), 实际应用中取 $\varepsilon=\pi/3$ 作为单步相移步长。为降低对

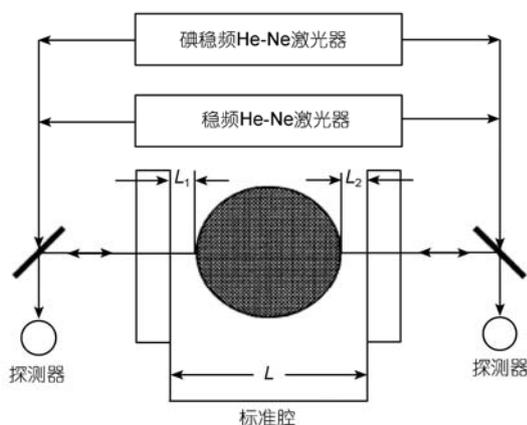


图2 硅球直径测量原理

光强测量误差的敏感程度, 中国计量科学研究院 (NIM) 导出了一种五幅相移算法^[35-38], 单位移相步距设为 $\varepsilon=\pi/2$, 并测得 5 个相位处 $\varphi-2\varepsilon-k_1$, $\varphi-\varepsilon-k_2$, φ , $\varphi+\varepsilon+k_3$, $\varphi+2\varepsilon+k_4$ 的光强 I_1, I_2, I_3, I_4, I_5 , 则可得到

$$\tan \phi = \frac{2(I_2 - I_4) + \frac{I_2 - I_4}{2I_3 - I_5 - I_1}(\cos k_1 + \cos k_4) + \sin k_2 - \sin k_3}{\cos k_2 + \cos k_3 + \frac{I_2 - I_1}{2I_3 - I_5 - I_1}(\sin k_4 - \sin k_1)} \quad (2)$$

k_1, k_2, k_3, k_4 为相应的步长控制误差, 不影响相位的求解准确度, 其测量误差来源于位移传感器的测量能力。研究表明^[39], 该算法不仅没有相移“奇点”, 而且在小于 20 nm 范围内不需要进行精确的步长控制也能保证算法的准确度, 不仅提高了测量准确度, 而且大大降低了算法的应用难度。如图3所示, 当位移传感器的测量误差为 0.8 nm 时, (2)式的相位求解误差仍优于 0.02% 相位周期。对波长为 633 nm 激光而言, 在一个周期内的位置误差优于 0.07 nm。

此外, 相位求解算法还包括日本国家计量院 (NMIJ) 使用的基于泽尼克多项式的最小二乘算法^[40], 传统等步距五幅、六幅、七幅算法, 任意步距算法等。

3 光学干涉仪

非接触相移干涉法的实现需要实现基于相移算法的相位解调和产生相移, 相移的产生可以通过激光变频法或压力扫描方式实现。

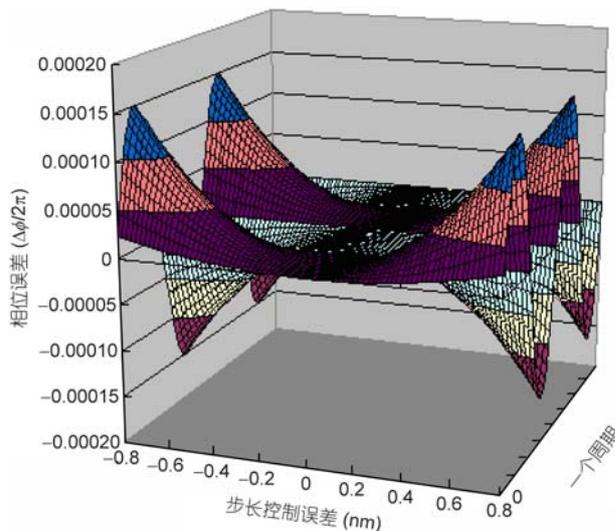


图3 五幅算法的相位误差

3.1 基于激光变频法的相移干涉仪

硅球直径的测量技术包括平板干涉仪(法布里-珀罗干涉仪)和球面干涉仪(斐索干涉仪)两类,其原理如图 4 和 5^[41]所示。

球面干涉仪的应用以 PTB 为代表,标准具为与硅球同心的标准球面,显然,理论上硅球表面各点与标准具的距离是相等的,这是该方法最显著特点。考虑了标准具与硅球表面多次反射对干涉级次的影响,其优点是一次可同时测量一个扇面的无数多条直径,可进行硅球表面形貌测量。不足之处在于,波前畸变导致 2 nm 以上的测量误差,其次由于标准具与硅球对激光的反射率相差太大而且难以进行调节(单晶硅折射率比任何透明玻璃的折射率都高出很多),致使相干光束能量相差悬殊,从而影响了干涉条纹的清晰度,增大了 CCD 的光强测量误差,降低了系统的准确度。此外,该系统中对标准具加工精度要求极高,任何加工误差、光学元件位置偏移、对准误差等都将降低系统准确度。

(i) 平板干涉仪。平板干涉仪相对来说结构简单,加工较为容易,从而得到了广泛的应用。图 6 为 NMIJ 硅球直径测量干涉仪,硅球置于真空腔中,来自外腔可调波长半导体激光器的光束经由石英玻璃窗 W3 进入真空腔,经分光棱镜 BS 分光后分成垂直的两束,经反射镜 M1 和 M2 后垂直入射到硅球表面。硅球表面和法布里-珀罗干涉仪的平板 P1, P2 的干涉条纹最终分别被探测器 CCD1 和 CCD2 接收并进行信

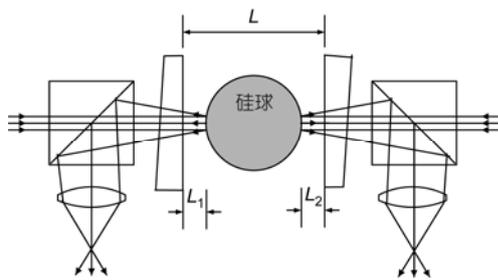


图 4 平板干涉仪测硅球直径

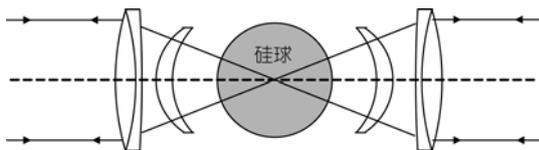


图 5 球面干涉仪测硅球直径

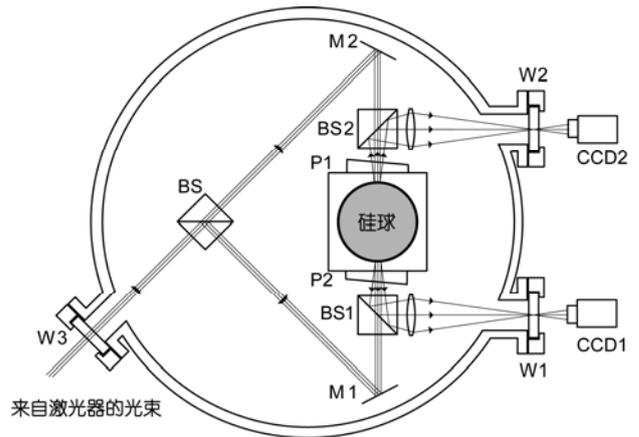


图 6 硅球直径的干涉测量系统原理图

号处理。

(ii) 相移的产生。图 7 所示为频率扫描测相系统的原理框图。波长的改变是基于一个商业有效的频率可调谐的半导体激光器,频率中心波长 633 nm,输出光束为单纵模,无跳模的频率调谐范围可达 ± 70 GHz。该半导体激光器与一个被偏频锁定到碘稳频激光器上的 He-Ne 激光拍频,稳定的频率锁定范围可达近 30 GHz,由于碘稳频激光器的频率稳定度可达到 10^{-11} 量级,因此可保证在频锁范围内频率的准确度。如硅球标准板间距 L_1 和 L_2 为 10 mm,则实现一个周期的相移大约需要 15 GHz 的变频范围,即通过激光变频法可实现至少一个周期的相移。另外,碘稳频激光器也是国际上制定的长度单位的复现基准,从而该系统还可以直接溯源到长度基准上。

3.2 基于压力扫描球干涉仪

图 8 所示为 NIM 研制的干涉仪,基本组成框图包括相移发生系统、硅球位置控制系统、真空绝热及温控系统、法-珀干涉系统、计算机控制及数据处理系统。

高稳频激光束经分光器件分成两路,分别经两侧反光镜进入各自分光棱镜,分光棱镜的透射部分经光路窗口进入精密恒温腔,入射到精密相移装置的标准板上,再分成反射光束和透射光束,透射光束经硅球表面反射与标准板的反射光束形成干涉图像,经 CCD 接收送入计算机,再由精密相移发生装置产生两路相移经 CCD 获取图像,并求解硅球表面和标准具之间间距 L_1 , L_2 及标准具腔长 L ,从而得到硅球直径。相移是基于单体石英结构的“腔长可变式”标

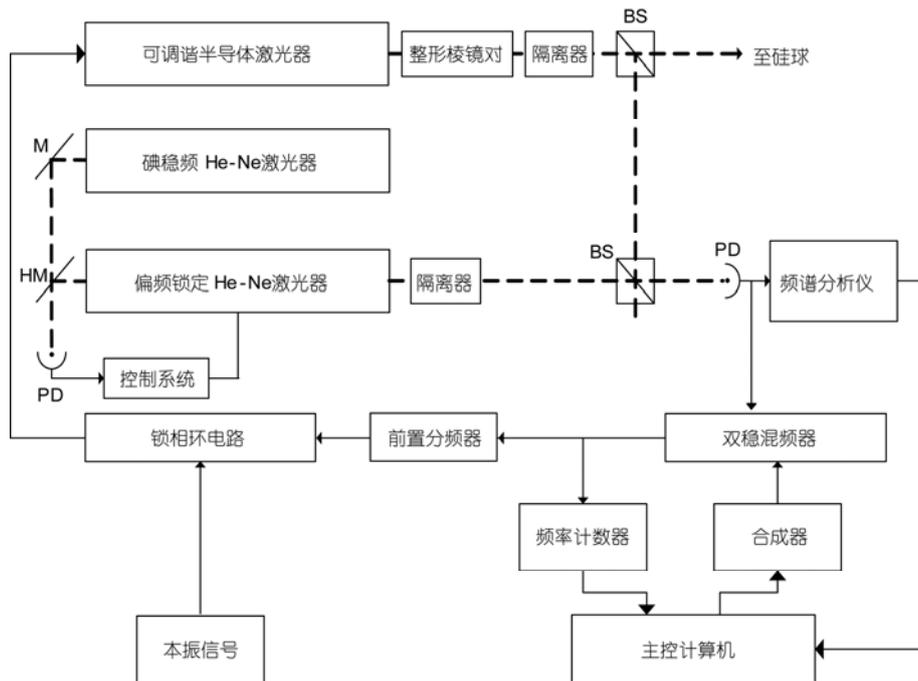


图7 频率扫描测相原理图

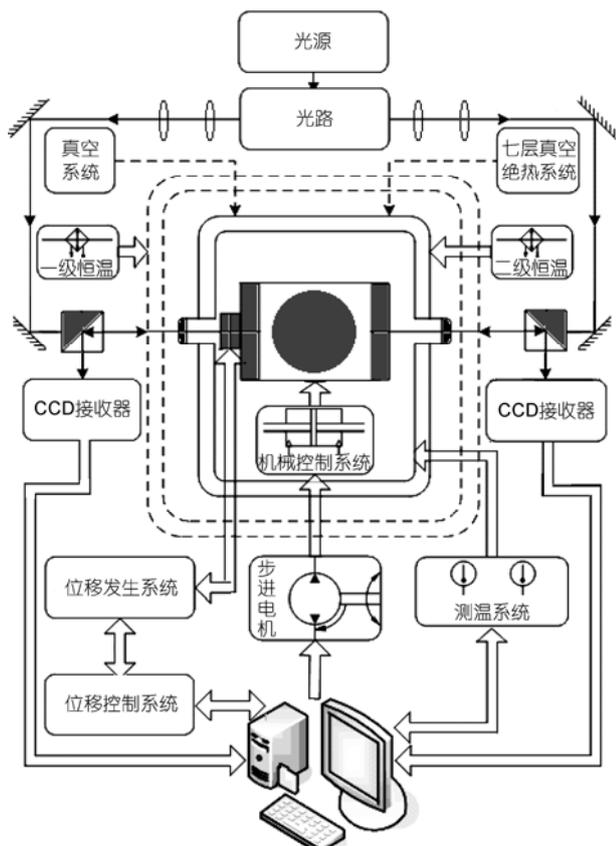


图8 NIM干涉仪原理

准具和“柔性铰链微位移平台”来实现。

(i) 腔长可变石英标准具。图9中上层矩形框，C点为精密电容位移传感器，用于精密测量系统发生的位置移动。A点固定压力源——精密PZT压力发生器。当PZT向标准具加以均匀压力时，根据几何关系，标准具腔长将随着压力的增加而增加，称为“压力扫描”。当A点压力消失后，BB间距恢复能力至关重要。理论计算表明，石英由于滞后和蠕变而引起的腔长重复性的改变在 10^{-3} nm数量级，可忽略不计。

(ii) 柔性。如图9中下层所示，A点为PZT精密压力发生器，将推动平台产生相移。平台和基底之间通过柔性铰链连接以实现稳定均匀的相移。柔性

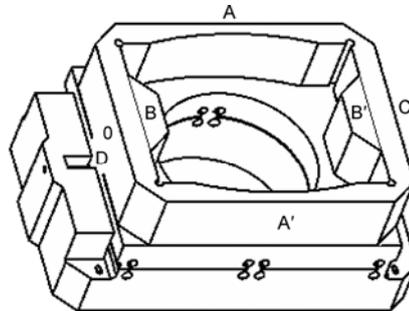


图9 单体相移发生系统

铰链微位移平台不需要高准确度的零点恢复,因此也可采用加工性能较好、机械品质因素较高的高弹性合金(如J53)加工而成,可以实现大于 $5\ \mu\text{m}$ 的位移。

铰链微位移平台与石英框体加工成单体石英两路精密相移装置,实现了同一位置、同一方向的两路精密相移,是实现相移干涉长度测量的关键和技术核心;相移发生装置的一体化设计和与之配套的测量方法,包括基于“五幅算法”的精密位移传感器的精确校准方法、与柔性铰链平台一体构成的可变式腔长的实时测量、传感器基座的稳定性测量等,实现了两路精密相移,潜在准确度可达 $0.1\ \text{nm}$,此点优于基于“激光变频”的相移测长方法。在线校准技术解决了准确度为亚纳米级传感器的校准难题,对 L 周期性测量技术是腔长可变式标准具应用于相移测量的技术基础。基于本系统的实时测量技术为实现对标准板位置和方向的准确调节奠定了基础。此外,标准板调节技术不仅提高系统测量准确度,而且大大降低了加工难度。没有标准板调节技术,一体化两路相移石英装置在加工技术上就无法实现。

3.3 体积计算

硅球直径是等面积分布单点测量的平均值。由于硅球并非一个理想的球体,因此理论上并不完全遵从理想球体积计算公式^[42,43]。有如图10所示的近似球,从激光干涉法的测量特点可知,测量球直径实际上是测量球的肚腹。如图所示, O 点为球心,假设肚腹半径为 P , 球半径为 r , 根据文献^[44]的研究结果,不规则球的体积可以表示为

$$V = \frac{4}{3}\pi P_0^3 - \frac{1}{2}P_0 \sum_2^{\infty} \left[(n-1)(n+2) \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} Y_n^2 \sin\theta d\theta d\phi \right], \quad (3)$$

式中 P_0 为肚腹平均值, Y_n 为 n 次球面调和级数,第二项为修正项,在一般情况下可忽略不计。如直径为 $93.6\ \text{mm}$, 直径偏差为 $1\ \mu\text{m}$ 的四阶对称球体,式中第二项的影响为 $V/\Delta V=1\times 10^{-9}$, 当其球面度为 $100\ \text{nm}$ 时,其影响量为 $V/\Delta V=1\times 10^{-11}$ 。由于研磨技术的不断提高,球面度 $100\ \text{nm}$ 的硅球很容易被制造出来,可见因为球面不规则所产生的误差是完全可以忽略的。

3.4 影响因素及其修正

球直径测量经历了从 $100\ \text{nm}$, $10\ \text{nm}$, $1\ \text{nm}$, 直到目前以阿伏加德罗常数测量为目标的 $0.1\sim 0.3\ \text{nm}$ 逐步提高的过程。20世纪80~90年代的球直径测量是在

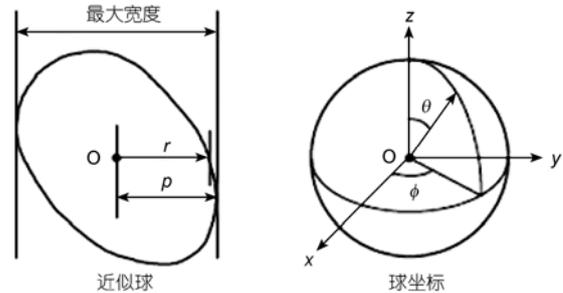


图10 球坐标及近似球

空气中进行的,温度、表面层厚度、高斯光束等因素均不构成主要误差来源,为消除空气折射率影响,目前的测量研究全部在真空中进行,温度、表面层厚度已成为提高直径测量准确度的技术瓶颈。

(i) 接触测温技术。为了消除空气折射率对激光波长的影响,硅球直径的测量从空气环境进入了真空环境,使系统中温度平衡过程从对流和辐射变成了只能通过辐射传热,在真空腔内形成了明显的温度梯度,限制了基于非接触测温方法的硅球温度的测量准确度(图11)。

NMIJ 首先开始了硅球接触测温技术研究,将温度测量准确度从 $2\ \text{mK}$ 提高到 $0.7\ \text{mK}$ ^[45-47]。接触测温的关键是实现温度传感器与硅球的有效分离和接触,实现利用水三相点和熔点温度的准确校准。表1为相关材料的线性热胀系数。

(ii) 表面氧化层厚度。硅球表面氧化层如图12所示。在硅原子表面覆盖了一层氧化层及污染物,对用相移法测量硅球的直径将引起严重的相位损失,因此需要准确测定氧化层的厚度,分析污染物的成

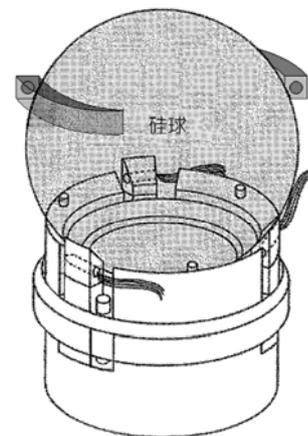


图11 接触测温

表1 20℃时的线性热胀系数

	钢	微晶玻璃	石英玻璃	硅单晶
线胀系数($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	10.6~12.4	-0.3~0.3	0.6	2.5554(2)

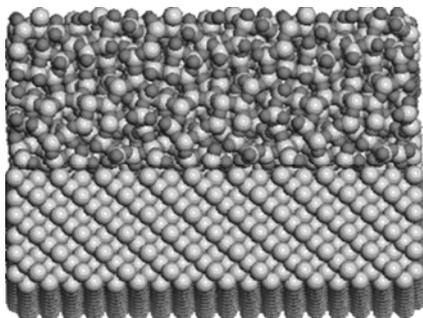


图12 硅球氧化层结构

分。但是由于加工工艺的差别，其表面氧化层厚度不仅非均匀，而且富含不同的杂质成分，成为硅球直径精密测量的技术瓶颈^[48-55]。

氧化硅层厚度传统的测量方法是利用光谱椭偏仪测量，图13为椭偏仪测量装置。利用X射线反射计对测量结果进行校准，如图14所示。但是普通商用X射线源能量为8048 eV，在该能量处二氧化硅和单晶硅具有接近的衰减系数，当表面氧化层较薄时，薄膜与基底反射信号的对比度差异较小，不利于形成清晰的干涉信号，且要求入射角接近 0° ，这对样品的位置及待测表面的光滑度要求苛刻。利用现代同步加速辐射源发出的530 eV的X射线作为测量光源，能恰好利用二氧化硅的K吸收限，从而形成反射信号

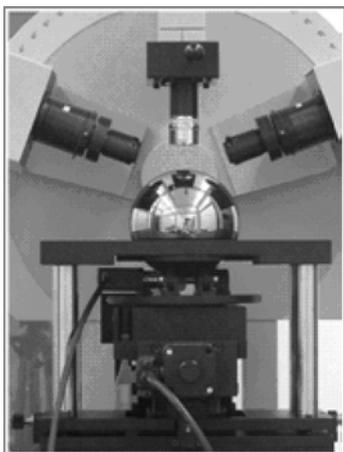


图13 椭偏仪测量装置

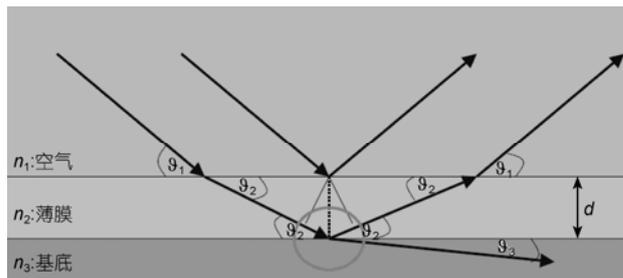


图14 X射线反射法校准

的对比度强烈变化，提高测量准确度。此外研究人员发现，氧化硅表面层受到碾磨、抛光等加工过程的强烈污染，将有可能导致氧化硅光学常数的变化，从而影响氧化硅厚度及硅球直径的测量准确度。通过XPS分析，表面污染物初步分析结果如表2所示。

由于污染物成分复杂且光学参数特性未知，它们对XRR、椭偏仪、激光干涉仪测量结果的影响都尚未准确可知。因此，之前以阿伏加德罗常数为目标的氧化层及直径测量结果均需要重新评价和修正。另外，氧化层的特性与抛光工艺和环境密切相关，不同硅球之间均存在差异，难以通过测量实现彻底修正，目前较为理想的处理方法是去除与再生长技术。德国PTB已经开始着手进行硅球表面氧化层(包括污染层)的去除研究，他们比较了不同腐蚀方法的去除效果，并初步找到了合适的腐蚀方案。另外，为了测得氧化层的密度，通过热氧化技术将硅球表面氧化层(二氧化硅)厚度增加至220 nm，并利用“浮压法”测得氧化层密度约为2228(18) kg/m^3 。但上述结果发表时并未考虑表面污染物的影响，因此需要重新修正。而考虑到碳化硅相比氧化硅具有化学成分固定、物理性质稳定的特点，下一步的再生长技术也将考虑以碳化硅作为硅球最终的表面层和保护层。

(iii) 高斯相移修正。反射干涉高斯光束中心的相位不随光束传播距离线性变化，从而导致与平面波干涉产生相位差别。如图15所示，根据高斯理论容易得出高斯光束传播过程中相位表达式

$$\phi = -\arctan\left[\frac{z\lambda}{\pi w_0^2}\right], \quad (4)$$

表2 浓缩硅球表面污染物

浓缩硅球	Ni ($10^{15}/\text{cm}^2$)	Cu ($10^{15}/\text{cm}^2$)	m_c (μg)
AVO28-S5	2.125(93)	0.539(27)	72.9(2.7)
AVO28-S8	2.181(101)	0.504(28)	73.3(3.0)



图 15 高斯光束示意图

式中 z 为光束传播方向上相位测点 (CCD 的位置) 到高斯光束中心点的距离, w_0 为高斯光束腰半径. 可见, ϕ 的大小与 z/w_0^2 值密切相关, 当 z/w_0^2 很大 (不小于 10^7 mm^{-1} 数量级) 时, ϕ 的值极为接近 $-\pi$, 此时相邻两反射光因该项引起的相移基本相同, 因此由高斯光束引起的相位差将互相抵消. 对于精确测量可实测光腰 w_0 和 CCD 的距离从而实现高斯光束相位差的精确修正.

4 硅球密度的测量

4.1 硅球质量的测量

将硅球加工成质量 1 kg 是为了利用 1 kg 千克原器避免添加砝码, 从而利用精密比较仪极窄的测量范围进行准确的质量测量.

硅球质量测量的主要装置——真空质量比较器 M-one 和 CCL1007, 已经可以实现 $0.1 \mu\text{g}$ 分辨率; 硅球的吸气、放气总量可达基准球体积的 10%~100% (标准状态下), 硅球表面杂质、污染、水分含量等成为影响硅球质量测量的主要因素^[56]. 图 16 所示为硅球质量测量国际比对结果, 可见主要结果的一致性优于 1×10^{-8} , 其中 BIPM 对硅球质量的测量不确定度

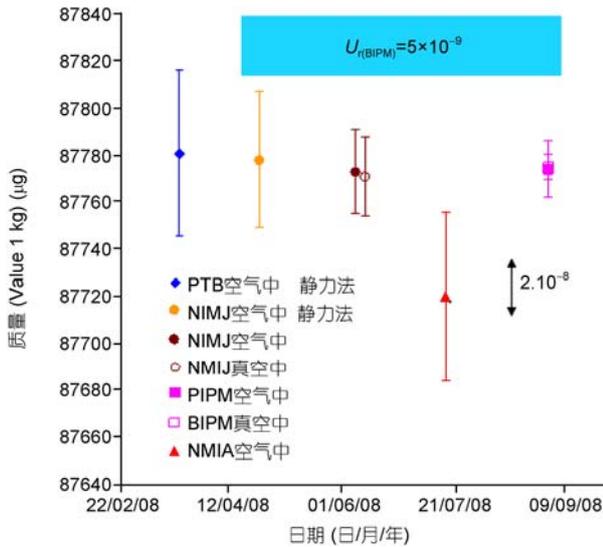


图 16 硅球质量国际比对结果

达到了 5×10^{-9} .

4.2 硅球体积测量

硅球体积测量关键是测量硅球的直径. 单晶硅球密度测量不确定度来源包括以下几个主要方面: 硅球直径测量、温度、表面层厚度等. 各影响因素的最佳测量能力及合成不确定度如表 3 所示.

可见, 目前直径最佳测量能力已达到 0.6 nm , 对硅球体积测量不确定度贡献为 1.9×10^{-8} . 实际上, 直径测量已成为影响阿伏加德罗常数测量的瓶颈. 在影响直径的各因素中, 温度测量尚有提升空间, 目前最大技术障碍是氧化层厚度的测量.

要实现阿伏加德罗常数测量不确定度优于 2×10^{-8} , 硅球密度的测量不确定度应优于 1×10^{-8} , 即要求硅球直径测量不确定度优于 0.3 nm , 那么硅球氧化层厚度测量准确度须达到 0.1 nm . 目前研究人员正在致力于相关研究, 包括表面污染物去除技术、Cu, Ni 杂质去除工艺、氧化层再生 (如碳化硅) 技术、氧化层平均厚度测量技术等.

5 结语

阿伏加德罗常数 (N_A) 是一个基本物理常数, 它的精确测量不但可用于国际基本量单位质量、摩尔的重新定义, 也有助于推动其他基本物理常数的研究. 在当前国际阿伏加德罗常数工作委员会 (IAC) 合作框架下, 国际主要计量研究机构广泛而深入地参与到了 N_A 的测量研究之中, 并取得了重大进展和突破. 当前正是 N_A 测量研究的关键阶段, 单晶硅球密度的精密测量正成为要攻克的主要技术瓶颈, 中国计量科

表 3 误差分量最佳测量能力及最佳合成不确定度

序号	分量	分量误差	对直径 (nm)	备注
1	测量分散性	0.1% 相位周期	0.3	NIM
2	信号随机误差	0.2%	0.03	不纳入结果合成
3	氧化层厚度	0.3 nm	0.55	PTB
4	硅球温度	0.7 mK	0.2	NMIJ
5	光路对准误差	$2 \times 10^{-6} \text{ rad}$	0.1	NMIJ
6	高斯光束	0.00024 rad	0.01	NMIJ
7	算法误差	0.01%	0.03	NIM
8	激光波长	1×10^{-10}	0.01	
合成标准不确定度			0.6	

学研究院在硅球直径干涉测量、硅球质量测量及硅球表面层厚度测量方面均有较为突出的技术特色。继续深入广泛地开展研究,不但可以带动我国基础计

量研究水平的整体提升,并有可能在关键的技术领域取得突破,从而使我国的相关研究处于国际最前沿,进一步提升我国在国际基础计量领域的地位。

参考文献

- 1 赵克功. 更新计量基本单位[kg]定义的研究现状. 计量学报, 2001, 22: 133-141
- 2 罗志勇, 杨丽峰, 陈允昌. 精密干涉测量中余弦依赖算法的误差研究. 光学学报, 2005, 25: 3051-3057
- 3 李岩, 张继涛, 罗志勇. 阿伏加德罗常数测量与千克重新定义. 科学通报, 2011, 56: 717-724
- 4 张继涛, 罗志勇, 赵克功. 阿伏加德罗常数测量研究最新进展. 计量学报, 2012, 33: 39-42
- 5 罗志勇. 质量自然基准的研究进展及发展方向. 计量学报, 2004, 25: 138-141
- 6 Becker P. Determination of the Avogadro constant: A contribution to the new definition of the mass unit kilogram. Eur Phys J, 2009, 172: 343-352
- 7 Becker P. Tracing the definition of the kilogram to the Avogadro constant using a silicon single crystal. Metrologia, 2003, 40: 366-375
- 8 Fujii K, Kuramoto N. Absolute measurement of the density of crystal silicon sphere in vacuo for a determination of Avogadro constant. IEEE Trans Instrum Meas, 1995, 52: 542-545
- 9 Mana G, Zosi G. The Avogadro constant. Rev Nuovo Cimento, 1995, 18: 1-23
- 10 Becker P. History and progress in the accurate determination of the Avogadro constant. Rep Prog Phys, 2001, 64: 1945-2008
- 11 Murrell J N. Avogadro and his constant. Helvetica Chim Acta, 2001, 84: 1314-1327
- 12 Becker P, Friedrich H, Fujii K, et al. The Avogadro constant determination via enriched silicon-28. Meas Sci Tech, 2009, 20: 092002
- 13 Fujii K, Waseda A, Kuramoto N, et al. Present state of the Avogadro constant determination from silicon crystals with natural isotopic compositions. IEEE Trans Instrum Meas, 2005, 54: 854-859
- 14 Kuramoto N, Fujii K. Interferometric measurements of the diameter of a single-crystal silicon sphere. Rev Sci Instrum, 1992, 63: 5320-5325
- 15 Kenny M J, Leistner A J, Walsh C J, et al. Precision determination of the density of a single crystal silicon sphere and evaluation of Avogadro constant. IEEE Trans Instrum Meas, 2001, 50: 587-592
- 16 Mizushima S, Ueki M, Fujii K. Mass measurement of 1 kg silicon spheres to establish a density standard. Metrologia, 2004, 41: S68-S74
- 17 罗志勇, 杨丽峰, 顾英姿, 等. 固体密度基准研究. 科学通报, 2007, 52: 1382-1386
- 18 Fujii K, Tanaka M, Nezu Y, et al. Interferometric measurements of the diameters of single-crystal silicon spheres. Rev Sci Instrum, 1992, 63: 5320-5325
- 19 Fujii K, Tanaka M. Accurate determination of density of a crystal silicon sphere. IEEE Trans Instrum Meas, 1993, 42: 395-400
- 20 Nicolaus R A. Evaluation of Fizeau interferences by phase-shifting interferometry. Optik, 1991, 87: 23-26
- 21 Leistner G, Zosi G. Polishing a 1 kg silicon sphere for density standard. Appl Opt, 1987, 26: 600-601
- 22 Leistner G, Giardini W. Fabrication and testing of precision spheres. Metrologia, 1991, 28: 503-506
- 23 Lai G M, Yatagai T. Generalized phase-shifting interferometry. J Opt Soc Am A, 1991, 8: 822-827
- 24 Surrel Y. Design of algorithms for phase measurements by the use of phase stepping. Appl Opt, 1996, 35: 51-54
- 25 Hariharan P. Digital phase-stepping interferometry: Effects of multiply reflected beams. Appl Opt, 1987, 26: 2504-2505
- 26 Vikram C S. Exact phase error effect on contrast measurement in four-step phase-shifting interferometry. Optik, 2000, 111: 563-564
- 27 Dorrio B V. Phase error calculation in a Fizeau interferometer by Fourier expansion of the intensity profile. Appl Opt, 1996, 35: 61-64
- 28 侯立周, 强锡富, 孙晓明. 几种任意步距步进相移算法的误差分析与对比. 光学技术, 1999, 25: 7-10
- 29 Luo Z Y, Gu Y Z, Zhang J, et al. Interferometric measurement of the diameter of a silicon sphere with a mechanical scanning method. IEEE Trans Instrum Meas, 2010, 59: 2991-2996
- 30 Karomoto N. Interferometric determination of the diameter of a silicon sphere using a direct optical frequency tuning system. IEEE Trans Instrum Meas, 2003, 52: 631-635
- 31 Karomoto N. Volume determination of a silicon sphere using an improved interferometer optical frequency tuning. IEEE Trans Instrum Meas, 2005, 54: 868-871
- 32 Nicolaus R A. Absolute volume determination of a silicon sphere with the spherical interferometer of PTB. Metrologia, 2005, 42: 25-31
- 33 Nicolaus R A, Fujii K. Primary calibration of the volume of silicon spheres. Meas Sci Tech, 2006, 17: 2527-2539
- 34 Nicolaus R A, Bonsch G. Absolute volume determination of a silicon sphere with the spherical interferometer of PTB. Metrologia, 2005, 42: 24-31
- 35 Bonsch G, Bohme H. Phase-determination of Fizeau interferences by phase-shifting interferometry. Optik, 1989, 82: 161-164

- 36 Luo Z Y, Yang L F, Chen Y C. Error evaluation of cosine dependent algorithm in precision interference measurement. *Acta Opt Sin*, 2005, 25: 1629–1633
- 37 Luo Z Y, Yang L F, Chen Y C. A precision measuring system for the diameter of single crystal silicon sphere. *Acta Metrol Sin*, 2005, 26: 289–294
- 38 Luo Z Y, Yang L F, Chen Y C. Phase-shift algorithm research based on multiple-beam interference principle. *Acta Phys Sin*, 2005, 54: 3051–3057
- 39 罗志勇, 杨丽峰, 陈允昌. 基于多光束干涉原理的相移算法研究. *物理学报*, 2005, 54: 3051–3057
- 40 罗志勇, 陈朝晖, 顾英姿, 等. 基于数值模拟的高准确度五步相移算法研究. *光学学报*, 2006, 26: 1687–1690
- 41 Luo Z Y, Dai J L. Study on an improved phase-shifting five-interferogram algorithm. *Chin Opt Lett*, 2008, 6: 342–345
- 42 Kuramoto N, Fujii K. A study on the absolute measurement of the density of silicon crystals. *Bull NRLM*, 1997, 47: 14–15
- 43 Johnson D P. Geometrical consideration in the measurement of the volume of an approximate sphere. *J Res Natl Bur Stand Sect A*, 1974, 78: 41–48
- 44 Picard A. Mass determinations of a 1 kg silicon sphere for the Avogadro project. *Metrologia*, 2006, 43: 46–52
- 45 Borys M, Gläser M, Mecke M. Mass determination of silicon spheres used for the Avogadro project. *Measurement*, 2007, 40: 785–790
- 46 Picard A, Bignell N, Borys M, et al. Mass comparison of the 1 kg silicon sphere AVO#3 traceable to the international prototype K. *Metrologia*, 2009, 46: 1–10
- 47 Busch I, Danzebrink H, Krummy M, et al. Oxide layer mass determination at the silicon sphere of the Avogadro project. *IEEE Trans Instrum Meas*, 2009, 58: 891–896
- 48 Zhang J T, Li Y, Luo Z Y, et al. Determination of mean thickness of an oxide layer on a silicon sphere by spectroscopic ellipsometry. *Chin Phys Lett*, 2010, 27: 050601
- 49 张继涛, 李岩, 罗志勇. 一种可溯源的光谱椭圆仪标定方法. *物理学报*, 2010, 39: 186–191
- 50 Mu T K, Zhang C M. A novel polarization interferometer for measuring upper atmospheric winds. *Chin Phys Lett*, 2010, 19: 060702
- 51 Chen X F, Yang X D, Han L. Two-pion interferometry at small relative momentum for pion sources with transverse and longitudinal expansions in relativistic heavy ion collisions. *Chin Phys Lett*, 2004, 13: 341–343
- 52 Zhang J M, Zhang Y, Xu K W, et al. Young's modulus surface and Poisson's ratio curve for tetragonal crystals. *Chin Phys Lett*, 2008, 17: 1565–1573
- 53 Sun J T, Du S X, Xiao W D, et al. Effect of strain on geometric and electronic structures of graphene on Ru(0001) surface. *Chin Phys Lett*, 2009, 18: 3008–3013
- 54 Qiao Z X, Sun Y, He W Y, et al. Raman scattering of polycrystalline GaSb thin films grown by co-evaporation process. *Chin Phys Lett*, 2009, 18: 2012–2015
- 55 Becker P, Schiel D, Pohl H J, et al. Large-scale production of highly enriched ^{28}Si for the precise determination of the Avogadro constant. *Meas Sci Tech*, 2006, 17: 1854–1860
- 56 Ding T, Wan D, Bai R, et al. Silicon isotope abundance ratios and atomic weights of NBS-28 and other reference materials. *Geochim Cosmochim Acta*, 2005, 69: 5487–5494

Absolute density determination for a single crystal silicon sphere

LUO ZhiYong¹, ZHAO KeGong¹, ZHANG JiTao² & CHEN Chi¹

¹National Institute of Metrology, Beijing 100013, China;

²Department of Precision Instruments and Mechanology, Tsinghua University, Beijing 100084, China

The absolute density measurement of the single crystal silicon sphere is decisive procedure to determine Avogadro constant. In this review paper, we introduced the current status of the density measurement of the single crystal silicon sphere, including measurement principles, measurement fields, influence factors, measuring devices and the best ability for the diameter measurement, analyzed the main difficulties and key technologies of density measurement, and predicted the development trend and technology prospect in related fields.

Avogadro constant, density of silicon sphere, phase-shifting interferometry, oxide layer thickness, precision measurement

doi: 10.1360/972011-1710