



# МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ЛИНЕЙНЫХ РАЗМЕРОВ В НАНОМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНЕ

К.Гоголинский\* к.т.н., А.Усеинов\*, к.ф.-м.н., А.Кузнецов\*\*, к.т.н., В.Решетов\*\*, к.ф.-м.н., С.Голубев\*\*\*, к.т.н. / nanoscan@newmail.ru

**С** 2008 по 2011 год в рамках Федеральной целевой программы "Развитие инфраструктуры наноиндустрии" были проведены мероприятия по расширению приборно-инструментальной и методической составляющих системы обеспечения единства измерений в наноиндустрии. Определение метрологических характеристик сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ) и обеспечение достоверности измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне – ключевой вопрос при использовании такого оборудования для технологических применений, сертификации и контроля продукции.

При создании метрологического обеспечения измерений в наномасштабе заложены основы эталонной, методической и нормативной базы метрологии и стандартизации в нанотехнологиях [1], однако остался ряд нерешенных проблем для конкретного измерительного оборудования и методик измерений. Пока не существует замкнутой системы метрологического обеспечения измерений линейных размеров от 1 до 1000 нм.

В основе такого обеспечения лежит понятие прослеживаемости, определение которой дано в [2, п.2.41]: "Метрологическая прослеживаемость: свойство результата измерения быть отнесенным к значениям установленных единиц измерения путем непрерывной цепи калибровок, с учетом вкладов каждой из неопределенностей". В рамках Государственной системы обеспечения единства измерений РФ этот параметр определяется поверочными схемами [3], утвержденными ГОСТ или рекомендациями (МИ). Поверочные схемы устанавливают последовательность и способы передачи единицы физической величины от государственного эталона рабочим средствам измерений.

В 2010 году в РФ утвержден Государственный первичный эталон единицы длины – метра ГЭТ 2-2010, рабочий диапазон  $1 \cdot 10^{-9}$  – 30 м, расширенная неопределенность  $1,16 \cdot 10^{-11}$ . В качестве источника используется He-Ne/ $I_2$  лазер, стабилизированный по линии насыщенного поглощения в молекулярном йоде 127. Номинальное значение длины излучения  $\sim 0,633$  мкм.

Ранее Государственная поверочная схема для средств измерений длины была изложена в рекомендации МИ 2060-90 [4] и распространялась на диапазон от  $1 \cdot 10^{-6}$  до 50 м. В разработке находится такая схема для средств измерений длины от  $1 \cdot 10^{-9}$  до 50 м и длин волн от 0,2 до 50 мкм. Пока не утверждены типы средств измерений – рабочих эталонов для передачи размеров единиц длины в нанометровом диапазоне от первичного эталона средствам измерений. Ниже обсуждаются пути обеспечения прослеживаемости измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне методами зондовой микроскопии.

Различные рельефные меры длины, например, TGZ, МШПС, остаются единственным возможным



Рис.1. Схема обеспечения прослеживаемости измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне

\* ФГБНУ ТИСНУМ, г. Троицк Московской обл.

\*\* НИЯУ МИФИ, Москва.

\*\*\* ФГУП ВНИИМС, Москва.



средством калибровки СЗМ конечных пользователей. Другие решения, в частности, атомные периодические структуры и "динамические меры" не получили широкого применения. Изначально данные о метрологических характеристиках нанометровых линейных мер были связаны с параметрами технологических процессов. Этот подход давал удовлетворительный результат, однако такая калибровка мер, достаточная для большинства научных исследований, не может удовлетворять задачам обеспечения единства измерений для технологических процессов, а также контроля качества и сертификации нанопроизводства. Для поверки и калибровки линейных мер необходима привязка их метрологических характеристик к единице длины через длину волны лазерного излучения, которая может быть обеспечена лазерным интерферометром.

На основе нормативной, методической и приборной базы может быть предложена схема передачи единицы длины от эталона метра к рабочим средствам измерения длин в нанодиапазоне (рис.1). Номинальные диапазоны измеряемых значений и неопределенности для каждого звена представленной цепочки должны быть уточнены в процессе испытаний применяемых методик и средств измерений.

По такой схеме с помощью СЗМ Solver PRO (ГРСИ №28666-10) осуществляется поверка мер серий TGZ, TDC, TGQ, TGC и TGT. Обеспечивается прослеживаемость к немецкому национальному эталону РТВ #5.15 по базе Международного бюро мер и весов, успешно участвовавшему в ряде международных сличений [5]. Предложенный подход допускается согласно [6]. В то же время калибровка мер конечного пользователя непосредственно на приборе с интерферометрическим контролем перемещений сканера при доступной цене процедуры предпочтительнее с точки зрения минимизации суммарной погрешности конечных измерений. Необходимо сокращение схемы на рис.1 посредством создания и внесения в ГРСИ эталонного СЗМ с интерферометром и прямой калибровки на нем рабочих мер. ТИСНУМ совместно с НИЯУ на базе СЗМ "НаноСкан-3D" [7, 8] создан прибор с интегрированным трехкоординатным лазерным гетеродинным интерферометром (рис.2).

Отличие приборов "НаноСкан" от традиционных СЗМ – применение пьезорезонансного датчика-кантилевера камертонной конструкции с высокой изгибной жесткостью консоли (~20 кН/м) [9]. Конструкция зонда позволяет использовать алмазные наконечники разных типов. Перемещение исследуемых объектов осуществляется с помощью трехкоординатного пьезоэлектрического наноманипулятора. Контроль перемещения проводится с помощью интегрированных



Рис.2. СЗМ "НаноСкан-3D" с трехкоординатным гетеродинным лазерным интерферометром

в него емкостных датчиков [10]. Для расширения спектра методик измерения и получения дополнительной информации об образцах прибор со встроенным интерферометром оснащается оптическим микроскопом с цифровой камерой и модулем СЗМ. Система линейных трансляторов позволяет перемещать различные измерительные головки с точностью до нескольких микрометров и исследовать одну и ту же область образца разными методами.

Интерферометр разработан для измерений в реальном времени и состоит из двух модулей: оптического на раме микроскопа и электронного, вынесенного за пределы термостатирующего и виброизолирующего бокса. Оптические элементы интерферометра собраны на массивной плите (рис.3). Источником излучения служит одночастотный стабилизированный He-Ne-лазер мощностью 1 мВт (длина волны  $\lambda=632,991084$  нм, относительная нестабильность оптической частоты за 8 ч работы не более  $3 \cdot 10^{-9}$ ). Лазер заключен в алюминиевый радиатор и удален от интерферометра.

Интерферометр (см. рис.3) работает следующим образом. Лазерное излучение, пройдя через расширитель пучка, попадает в акусто – оптический модулятор (АОМ), расщепляющий лазерный пучок на опорный и измерительный и обеспечивающий сдвиг частоты  $f$  между ними в интерферометре ( $f=36$  МГц). Зеркала  $M_1-M_7$  делят излучение на шесть пучков, образующих три независимых пространственно ортогональных канала. Поляризация излучений опорного и измерительного плеч согласуется полуволновой фазовой пластинкой ( $\lambda/2$ ) ФП. В качестве отражателей, смещение которых измеряет интерферометр, служат трипель-призмы\*,

\* Трипель-призма – псевдоотражающий элемент, обеспечивающий возврат излучения в исходном направлении вне зависимости от угла падения на входе и состоящий из трех взаимно перпендикулярных отражающих граней.



жестко закрепленные на пьезоэлектрическом сканере. Это позволяет контролировать его перемещение по трем ортогональным координатам. После смещения оптических полей измерительного и опорного плеч на зеркалах  $M_8-M_{10}$  излучение через коллиматоры вводится в оптоволоконные кабели. Усиленные и прошедшие полосовую фильтрацию сигналы с трех каналов интерферометра подаются на входы разрядных АЦП (частота дискретизации 144 МГц).

В основу обработки сигналов положена квадратурная схема прямого аналого-цифрового преобразования фазомодулированного сигнала с последующей цифровой обработкой информативных отсчетов в программируемой логической интегральной схеме (ПЛИС). Основные характеристики интерферометра и блока электроники:

Диапазон измерений по осям XY,	не менее .....	$\pm 500$ мкм
Диапазон измерений по оси Z, не менее ..		$\pm 50$ мкм
Разрешение по всем трем осям, не хуже ...		0,01 нм
Собственные шумы интерферометра		
в полосе 1 Гц – 1 кГц, не более .....		1 нм
Неортогональность осей измерения		
перемещений .....		0,01 рад
Диапазон измеряемых сдвигов фаз .....		$\pm 1 \cdot 10^4$ рад
Разрешение системы измерения		
сдвига фазы .....		$1 \cdot 10^{-4}$ рад
Временное разрешение измерений .....		1 мс
Максимальная скорость сканирования ..		300 мкм/с
Тепловыделение в рабочей области, не более ..		5 Вт

На измерения линейных размеров существенное влияние оказывают взаимодействие зонда СЗМ с поверхностью и форма острия наконечника. При сканировании кремниевыми кантилеверами адсорбированный вязкий слой, покрывающий любую поверхность на открытом воздухе, может препятствовать проникновению острия в "провалы" тестовой периодической структуры, внося существенную погрешность в измерения. В отличие от традиционных СЗМ, в приборах "НаноСкан" применяются пьезорезонансные зонды с высокой изгибной жесткостью консоли и алмазными наконечниками. Использование режима резонансных колебаний позволяет контролировать контакт острия

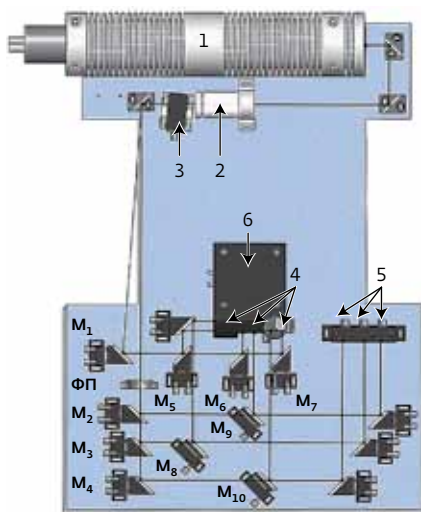


Рис.3. Схема оптического блока: зеркала  $M_1-M_7$  делят излучение на шесть пучков; зеркала  $M_8-M_{10}$  вводят излучение в оптоволоконные кабели

наконечника зонда с поверхностью по двум параметрам: изменению амплитуды и частоте колебаний зонда. Это дает возможность разделить вязкую и упругую компоненты силы взаимодействия зонда с поверхностью и различать упругую поверхность и вязкое загрязнение на ней, измерять механические свойства поверхностей. Высокая изгибная жесткость консоли зонда позволяет проникать сквозь вязкий слой до контакта с упругой поверхностью. Пример сканирования одного и того же участка линейной меры в режиме постоянных частоты колебаний (жесткий контакт) и амплитуды (вязкий контакт, аналогичный сканированию кремниевым кантилевером) представлены на рис.4.

Алмазные наконечники исключают износ острия, характерный для кремниевых кантилеверов, а чувствительность зонда обеспечивает сканирование поверхности твердых материалов без разрушения. Важным параметром наконечника зонда для сканирования поверхности является форма и эффективный радиус закругления острия. При исследованиях физико-механических свойств поверхности в нанометровом масштабе традиционно применяются алмазные наконечники в форме трехгранной пирамиды с различными углами при вершине. На практике используются два вида алмазных наконечников: пирамида Берковича с углом при вершине  $65^\circ$  и угол куба в  $35^\circ$  (между высотой пирамиды и прилегающей гранью). В СЗМ "НаноСкан" применяются алмазные наконечники с углами при вершине  $65$ ,  $35$  и  $20^\circ$  и эффективными размерами острия в диапазоне 5-100 нм, изготавливаемые из синтетических высокочистых монокристаллов алмаза. Исследование их геометрических

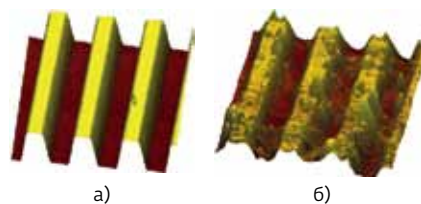


Рис.4. Поверхность линейной меры TGZ1, сканированная в режимах: а – постоянной частоты, б – постоянной амплитуды



Результаты измерений мер серии TGZ

Мера	Высота ступеней, нм	
	НаноСкан-3Di	Германия
TGZ1	18,1±0,2	18,4±1,0
TGZ2	100,0±0,4	101,1±1,6
TGZ3	488,0±0,9	489,0±1,8

параметров осуществляется методами электронной и атомно-силовой микроскопии.

Для демонстрации возможностей разных наконечников при сканировании поверхности использована линейная мера TGZ3 с шагом 3 мкм и высотой ступенек ~500 нм. На рис.5 приведены профили меры, полученные кремниевым кантилевером и с помощью наконечников с разными углами при вершине. Алмазный индентор с углом 20° позволяет измерять размеры различных структур на поверхности с довольно высоким аспектным отношением, что практически не уступает кремниевым кантилеверам.

Исследование метрологических характеристик измерительного комплекса [11] проведено с помощью линейных мер TGZ1, TGZ2, TGZ3, калиброванных в Физико-техническом федеральном институте (Германия) на метрологическом зондовом микроскопе. Сравнение полученных результатов и измерений на СЗМ "НаноСкан-3Di" приведено в таблице. Значения попали в 95%-ный доверительный интервал, приведенный по результатам измерений в Германии. Среднеквадратичное отклонение значений высот ступенек менее 1 нм. Данные о периоде исследованных структур на "НаноСкан-3Di", также совпали с результатами, полученными за рубежом.

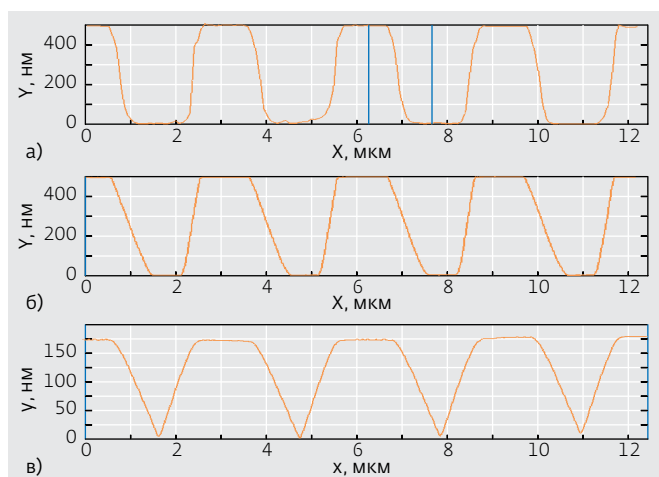


Рис.5. Профили меры TGZ3 для разных наконечников: а – кремниевый кантилевер; б – алмазный наконечник с углом 20°, в – алмазный наконечник с углом 65°

Рассогласование данных о среднем значении периода решеток не превысило 2 нм.

Результаты калибровки позволяют утверждать, что созданный прибор может быть использован в качестве рабочего эталона для измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне при условии обеспечения его поверки непосредственно от Государственного первичного эталона метра. Разработка и утверждение соответствующей поверочной схемы позволит обеспечить прослеживаемость измерений линейных размеров наноструктур методами сканирующей зондовой микроскопии. Работа проводилась при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках госконтрактов № 16.523.12.3003, №16.552.11.7014 и № 14.740.11.0948.

## Литература

- Тодуа П.А. Метрология и стандартизация в нанотехнологиях. – Наноиндустрия, 2010, №5, с.42–52.
- International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms VIM, 3rd ed., JCGM 200:2008.
- ГОСТ 8.061-80. Государственная система обеспечения единства измерений. Поверочные схемы. Содержание и построение.
- МИ 2060-90 Рекомендация. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений длины в диапазоне  $1 \times 10^{-6}$  – 50 м и длин волн в диапазоне 0,2–50 мкм.
- Голубев С.С., Голубев С.Н. Прослеживаемость результатов измерений в нанометровом диапазоне к единицам Международной системы единиц физических величин. – Измерительная техника, 2010, №11, с.13–17.
- Российская Федерация. Федеральный закон от 26 июня 2008 года № 102-ФЗ "Об обеспечении единства измерений".
- Гоголинский К.В., Львова Н.А., Усеинов А.С. Применение сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров для изучения механических свойств твердых материалов на наноуровне. – Заводская лаборатория, 2007, т.73, №6, с.28–36.
- Усеинов С., Соловьев В., Гоголинский К., Усеинов А., Львова Н. Измерение механических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешением. – Наноиндустрия, 2010, №2 с.30–35.
- Баранова Е.О., Круглов Е.В., Решетов В.Н., Гоголинский К.В. Расчет напряженно-деформированного состояния зонда при статических измерениях СЗМ "НаноСкан". – Датчики и системы, март 2010, №3 (130), с.49–52.
- Мещеряков В.В., Мещеряков А.В. Измерительные схемы для емкостных датчиков систем нанопозиционирования сканирующих зондовых микроскопов. – Датчики и системы, март 2010, №3 (130) с.46–48.
- Соловьев В.В., Лысенко В.Г., Гоголинский К.В., Иванникова Н.В. и др. Метрологический комплекс для измерения параметров рельефа и шероховатости поверхностей в нанометровом диапазоне. – Законодательная и прикладная метрология, 2010, №5, с.30–37.