

*На правах рукописи*

**Голубев Сергей Сергеевич**

**РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОВ  
И СРЕДСТВ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО  
ОБСЛУЖИВАНИЯ СКАНИРУЮЩИХ  
ЗОНДОВЫХ МИКРОСКОПОВ**

Специальность: 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение»

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Москва, 2008 г.

Работа выполнена во Всероссийском научно-исследовательском институте метрологической службы (ФГУП «ВНИИМС»)

**Научный руководитель:**

Доктор технических наук, профессор **В.Г. Лысенко**

**Официальные оппоненты:**

Доктор физико-математических наук,  
профессор **Ю.А. Кудеяров**

Кандидат физико-математических наук **А.В. Большакова**

**Ведущая организация:** **ФГУП ВНИИОФИ, г. Москва**

Защита состоится " 30 " октября 2008 г. в 14 часов на заседании диссертационного совета Д 308.001.01 в ФГУП " ВНИИМС" по адресу: 119361, Москва, ул. Озерная, 46.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМС».

Автореферат разослан " " 2008 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

Доктор технических наук, профессор \_\_\_\_\_ В.Г. Лысенко

### **Актуальность работы**

В настоящее время большое внимание уделяется нанотехнологиям. Это связано в первую очередь с переходом в последние десятилетия радиоэлектронной промышленности, компьютерных технологий, биомедицины и биоинформатики на качественно новый меньший уровень масштабов.

В последние 15 лет появилась возможность проводить измерения геометрических параметров объектов нанометрового диапазона (микроэлектронные компоненты, носители информации, биосенсоры, нанотрубки и т.д.). Это связано с прогрессом основного инструмента работы с такими объектами – сканирующего зондового микроскопа (СЗМ). В последние годы идет процесс создания новых средств измерения (СИ) на базе существующих СЗМ. Востребованность в таких средствах очень высока, так как все перечисленные выше технологические направления, связанные с нанотехнологией, остро нуждаются в СИ. При этом развитие данных технологических направлений является приоритетной задачей для ключевых секторов экономики.

Количество экземпляров СЗМ в нашей стране на сегодняшний день составляет приблизительно 25 000. Различных типов СЗМ отечественного производства насчитывается более 100. Однако сейчас лишь 3 из них являются средствами измерения геометрических параметров. Объяснение такому несоответствию состоит в том, что подавляющее большинство СЗМ являются на сегодняшний день лишь средствами визуализации поверхности, но не имеют метрологического обеспечения, превращающего их в средства измерения.

Очевидно, что для обеспечения стандартов качества в производстве объектов наноразмера необходимо сначала обеспечить единство измерений в соответствующих диапазонах. Одним из основных приборов для измерения геометрических параметров объектов нанометрового диапазона является

именно СЗМ. Однако визуализация поверхности, о которой говорилось выше, – не метрологическая задача, вопрос же о метрологическом обслуживании этих приборов возникает тогда, когда их функция средства визуализации перестает удовлетворять потребностям и появляется задача разработки на их базе именно СИ.

В связи с происходящим сегодня выходом нанотехнологий на уровень промышленности приходится пересматривать принятые взгляды на роль СЗМ в науке и технике и встает задача создания на основе лабораторных научно-исследовательских приборов серийно выпускаемых СИ.

На сегодняшний день как в РФ, так и во всем мире нет единой универсальной концепции, которая могла бы лечь в основу будущей поверочной схемы для средств измерения в нанометровом диапазоне (СЗМ).

Разработкой метрологического обеспечения для сканирующей зондовой микроскопии в разное время занимались такие известные отечественные ученые, как В.Я. Бараш, В.Л. Быков, Л.Ф. Витушкин, Ч.П. Волк, К.В. Гоголинский, В.В. Календин, Ю.А. Новиков, А.В. Раков, П.А. Тодуа, И.В. Яминский и др.

Вышеизложенное определяет важность и актуальность настоящей диссертационной работы.

### **Цель и задачи работы**

Целью диссертационной работы является разработка и исследование научных и технических основ методов и средств для метрологического обслуживания (испытаний, поверки и калибровки) сканирующих зондовых микроскопов.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

- Анализ состояния метрологического обеспечения измерений геометрических параметров в нанометровом диапазоне.

- Разработка математической модели СЗМ как средства измерения (на примере микроскопа FemtoScan).
- Разработка научно-методических основ исследований средств измерений нанометрового диапазона с целью определения их метрологических характеристик.
- Анализ составляющих суммарной погрешности измерений геометрических величин для СЗМ, а также анализ их вклада в суммарную погрешность.
- Разработка научно-технического обоснования средств метрологического обслуживания (испытаний, поверки и калибровки) для СЗМ.
- Разработка научно-методических основ метрологического обслуживания (испытаний, поверки и калибровки) для СЗМ.

### **Научная новизна работы**

Научная новизна работы состоит в следующем:

1. Разработана математическая модель СЗМ, учитывающая неидеальность механической реализации декартовой системы координат, упругое взаимодействие зонда с поверхностью, конечность радиуса щупа и особенности программно-алгоритмического обеспечения работы СЗМ.
2. Разработаны научно-методические основы исследования средств измерения нанометрового диапазона с целью проверки их метрологических характеристик.
3. Проведен анализ составляющих погрешностей СЗМ. На основе анализа теоретически определен вклад различных составляющих в суммарную погрешность средства измерения.
4. Предложен метод калибровки СЗМ при помощи различных мер – квазипериодических решеток, наборов ступенчатых и шахматных мер.

5. Сформулированы принципы и экспериментально показана возможность применения многозначной динамической меры для метрологического обслуживания (испытания, поверки и калибровки) СЗМ. Показано, что она позволяет проводить калибровку в более широком диапазоне, чем обычная материальная мера.

### **Положения, выносимые на защиту**

1. Предлагаемая математическая модель СЗМ как средства измерения легла в основу методики испытаний и поверки микроскопа FemtoSCAN. Ее обобщение даст возможность разрабатывать методики испытаний для других типов СЗМ с неподвижным зондом.

2. Использование стандартных материальных мер - дифракционных решеток - позволяет оценивать различные метрологические характеристики СЗМ. Их применение позволяет экспериментально определить степень разрушения поверхности образца в результате сканирования. При их изучении экспериментально подтверждена предложенная модель измерений с помощью СЗМ.

3. Проведенный анализ составляющих погрешности СЗМ позволил определить их числовые значения. Установлено, что суммарная относительная погрешность системы координат СЗМ без дополнительных датчиков положения может быть уменьшена до значения 5%. Проведенные исследования позволили сделать вывод о возможности устранения путем введения поправок ряда составляющих, относящихся к систематической погрешности.

4. Предложенный метод, заключающийся в перемещении меры внутри измерительного объема, позволяет при помощи набора 2D-решеток проводить прямую калибровку СЗМ по всем трем измерениям.

5. Использование многозначной динамической меры позволяет производить калибровку СЗМ в диапазоне 20-10000 нм с относительной

погрешностью не более 5%. При этом данный способ имеет ряд преимуществ перед применением стандартных материальных мер нанометрового диапазона.

### **Реализация и внедрение результатов исследования**

При испытаниях с целью утверждения типа двух СЗМ (СЗМ «ФемтоСкан» и СЗМ «АИСТ-НТ») использовались разработанные в настоящем исследовании методы и средства метрологического обслуживания СЗМ.

Результаты научных исследований диссертации использовались при разработке и проведении процедуры сличений средств измерений нанометрового диапазона в совместных работах с ВІРМ, РТВ и научными организациями – производителями различных средств измерений нанометрового диапазона.

По результатам испытаний с целью утверждения типа получены акты внедрения.

### **Публикации**

По основным результатам выполненных исследований опубликовано четыре статьи, сделано три доклада на Российских и один на Международной конференции.

### **Структура и объем диссертации**

Диссертация содержит аналитический обзор состояния вопроса, теоретическую часть, посвященную разработке модели измерений при помощи СЗМ, результаты экспериментальных исследований различных подходов к испытаниям, калибровке и поверке СЗМ, основные принципы, служащие основой предлагаемой методики испытаний СЗМ FemtoScan, а также оценку полученных результатов и выводы.

Общий объем диссертационной работы – 121 страница, в том числе 21 рисунок, 6 таблиц, 1 приложение. Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, выводов и списка литературы из 83 наименований.

### **Содержание работы**

**Во Введении** обосновывается актуальность работы, формулируются цели и задачи исследования, демонстрируется научная новизна полученных в ходе выполнения работы результатов, излагаются основные научные положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** проводится анализ состояния метрологического обеспечения измерений геометрических параметров в нанометровом и субнанометровом диапазоне. Вначале обосновывается тот факт, что одним из основных приборов для измерения геометрических параметров в нанометровом диапазоне служат различные типы СЗМ. Методы электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа не являются в полной мере методами измерения геометрических параметров нанометрового диапазона, так как они не позволяют воссоздать достаточно полную трехмерную картину поверхности с достаточным разрешением, а лишь дают усредненные по площади геометрические параметры наноструктуры.

Первым технически реализованным типом СЗМ был туннельный микроскоп. Эта конструкция СЗМ наиболее проста в реализации, так как в качестве зонда может служить проволока с радиусом острия около 50 мкм. Нанохарактер же острия зонда формируется не за счет особо острого щупа, а за счет квантовых эффектов туннелирования электрона с поверхности металла. Таким образом, главной технической задачей при создании работающего прототипа туннельного микроскопа становится создание механической реализации декартовой системы координат, обеспечивающей позиционирование щупа с достаточной точностью.



После туннельных микроскопов очень быстро появляются рабочие образцы атомно-силовых микроскопов (АСМ). В качестве зонда у них выступает кремниевая игла. Именно этот тип микроскопа снимает топограмму и непосредственно измеряет геометрические параметры поверхности в нанодиапазоне. Первый АСМ позволил достигнуть разрешения в 0,12 нм, что сразу дало возможность экспериментально наблюдать геометрические структуры вплоть до отдельных атомов.

Каждый из других типов СЗМ (электрический силовой, магнитный силовой, резистивный и т.п.) имеет свои неоспоримые достоинства, однако может служить лишь вторичным прибором для воссоздания геометрического рельефа поверхности, уступая первое место именно АСМ.

Большинство выпускаемых на сегодняшний день СЗМ могут считаться лишь средством визуализации поверхности. Для них не разрабатывается метрологическое обеспечение, в результате чего с точки зрения прикладной метрологии они зачастую представляют собой инструменты, использующиеся лишь в научно-исследовательских лабораториях, которые специализируются в области физики твердого тела. С другой стороны, размер функциональных элементов в микропроцессоре составляет 12 нм, размер ферромагнитного домена в современном накопителе - 16 нм, и т.д. Поэтому в связи с бурным развитием микроэлектроники в последние десятилетия и выходом характерных размеров элементов внутри интегральных схем на наноуровень востребованность таких приборов как средств измерения в народном хозяйстве РФ становится очень высокой.

На сегодняшний день количество внесенных в единый Государственный реестр средств измерений приборов, используемых для проведения измерений геометрических параметров поверхности в нанометровом диапазоне, очень невелико. Там присутствуют 3 типа СЗМ. Необходимость в дальнейшем увеличении количества средств измерений

геометрических параметров нанометрового диапазона из сказанного выше представляется очевидной.

С другой стороны, на сегодняшний день существует ряд принципиальных трудностей на пути создания законченного методически корректного и логически непротиворечивого метрологического обеспечения для СЗМ.

Во-первых, это комплекс проблем, связанных с зондом АСМ. Зонд, в роли которого фактически используется очень острая игла, как правило, имеет малый ресурс. В некоторых условиях эксплуатации его замена требуется после нескольких часов работы. В ряде случаев реальное время работы одного зонда оказывается меньше фактического времени работы микроскопа, необходимого для проведения его (микроскопа) калибровки. Соответственно, калибровка микроскопа в принципе возможна только в предположении, что можно пренебречь влиянием индивидуальных особенностей зонда на калибруемый параметр, что является некоторым упрощением.

Вопрос калибровки радиуса острия зонда также достаточно сложен. В принципе, этот параметр сообщается изготовителем зонда. Он, как правило, измеряет его при помощи электронной микроскопии. Изменение же формы и радиуса острия в процессе эксплуатации обычно не учитывается.

Кроме того, вопрос об упругих и неупругих деформациях при взаимодействии зонд - образец может быть решен только в модельном приближении. Взаимодействие реального зонда и образца – сложный и не решенный до конца на сегодняшний день вопрос.

Во-вторых, существует большое количество различных реализаций системы координат микроскопа. Создать общую математическую модель, объединяющую все варианты, очень трудно. На сегодняшний день такой модели нет. Соответственно, без единой математической модели нельзя

единым способом количественно описать составляющие погрешности для различных типов СЗМ.

Отсутствие единой модели порождает споры о том, каков должен быть список испытываемых и калибруемых параметров СЗМ. Совершенно очевидно, что пока не будет разработан такой единый научно обоснованный список, нельзя будет создать единую процедуру аттестации, испытаний и калибровки СЗМ.

Во-третьих, это отсутствие аттестованных мер нанометрового диапазона, адекватных характерным измеряемым при помощи СЗМ величинам. Имеющиеся меры либо обладают слишком «крупным» рельефом (искусственные решетки с периодом порядка 100 нм), либо, наоборот, слишком «мелкий» рельеф (природные меры на основе кристаллического графита, золота и т.п.)

В-четвертых, при использовании СЗМ в качестве средства измерения возникает комплекс серьезных трудностей, связанных с неизбежным использованием того или иного встроенного программного обеспечения. Современный СЗМ является полностью компьютеризированным прибором. Условием получения окончательного изображения является использование компьютерной обработки сигнала. Практически это не только усреднение, но и использование других, более сложных и не всегда метрологически корректных способов обработки топограмм, например тех, которые компенсируют наклон поверхности образца. Общая ситуация осложняется еще и тем, что большинство изготовителей современных СЗМ поставляют свои приборы без полной расшифровки деталей программного обеспечения, сохраняя их в качестве элементов ноу-хау.

**Во второй главе** исследуются теоретические вопросы, связанные с математической моделью СЗМ как средства измерения. Во-первых, изучаются принципы реализации механической системы координат СЗМ. Во-вторых, рассматриваются вопросы, связанные с взаимодействием зонд-

образец. В-третьих, устанавливается специфика понятия разрешающей способности СЗМ. Обсуждается вопрос о возможности достижения атомарного разрешения при помощи СЗМ.

Одним из технических решений, позволяющих реализовать физическое перемещение объекта в субмикронном, нанометровом и субнанометровом диапазонах, является применение обратного пьезоэффекта. Одним из вариантов реализации механической системы в современных моделях СЗМ является пьезокерамическая трубка с напыленными на ее стенки электродами (рис. 1). Уравнения, описывающие зависимость относительных координат зонда и образца, имеют вид:

$$\begin{cases} \Delta x = \frac{L_{xy}}{2R} \cdot \frac{\beta U_x}{C} + f_x \langle \Delta x_1, \Delta x_2, \Delta x_3, \Delta x_4, \Delta x_5 \rangle \\ \Delta y = \frac{L_{xy}}{2R} \cdot \frac{\beta U_y}{C} + f_y \langle \Delta y_1, \Delta y_2, \Delta y_3, \Delta y_4, \Delta y_5 \rangle \\ \Delta z = \frac{\beta U_z}{C} + f_z \langle \Delta z_1, \Delta z_2, \Delta z_3, \Delta z_4, \Delta z_5 \rangle \end{cases} \quad (1)$$

где  $\Delta x$ ,  $\Delta y$  и  $\Delta z$  - относительные координаты зонда и образца,  $L_{xy}$  - длина части пьезокерамического манипулятора с напыленными X и Y - электродами,  $R$  - радиус трубки сканера,  $\beta$  и  $C$  - пьезокоэффициент и модуль Юнга для материала трубки,  $f_x$ ,  $f_y$  и  $f_z$  - погрешности определения координат зонда относительно образца, зависящие каждая от 5 факторов, разобранных в четвертой главе.

Имеющаяся теоретическая база позволяет для СЗМ перейти непосредственно к вопросам погрешностей измерений, вносимых механической системой.

Проведенные исследования показали, что по своему типу СЗМ, как правило, можно отнести к одной из следующих разновидностей: либо это СЗМ с неподвижным образцом, либо СЗМ с неподвижным зондом. При этом второй вариант является более распространенным (в частности, в СЗМ

FemtoScan реализован именно он). Принадлежность СЗМ к одному из указанных типов несколько меняет математическую модель механической системы. Однако в рамках настоящей работы детально рассматривается только случай неподвижного зонда. Следует оговорить, что термин «неподвижный зонд» в данном случае обозначает то, что зонд не совершает перемещений непосредственно в процессе измерений. При этом подвод-отвод вполне может осуществляться за счет микрометрического винта, перемещающего именно зонд микроскопа в лабораторной системе отсчета.

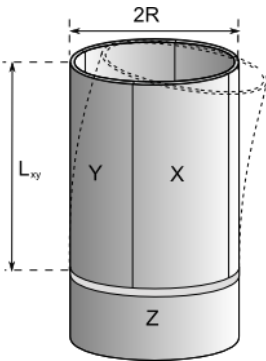


Рис. 1. Схема устройства пьезокерамической трубки СЗМ.

Принцип работы механической системы состоит в следующем. При приложении электрического напряжения к X- или Y-электродам (рис. 1) имеет место изгиб пьезокерамической трубки. В приближении малых вынужденных деформаций пьезокерамики верхний конец трубки, на котором закреплен образец, перемещается по сфере (такая система реализована в микроскопе FemtoScan).

Z-электрод трубки, как видно из рисунка, просто увеличивает или уменьшает высоту пьезокерамического манипулятора, на конце которого находится образец. При этом необходимо указать, что программно-электронная подсистема СЗМ при необходимости реализует автоматическую компенсацию описанной выше сферы. То есть при изгибе трубки за счет изменения разности потенциалов на X- и Y-электродах автоматически

изменяется напряжение на Z-электродах для того, чтобы вернуть образец в плоскость XY.

Таким образом, мы имеем дело с преобразованием тройки напряжений в тройку координат в собственной системе координат микроскопа

$$\langle U_x, U_y, U_z \rangle \rightarrow \langle x, y, z \rangle \quad (2)$$

При этом тройка  $\langle x, y, z \rangle$  в формуле (2) есть относительные координаты зонда (кантилевера) и образца. Это не координаты относительно лабораторной системы отсчета.

Рассмотрим работу СЗМ в контактном режиме. Предположим, что в некоторой области пространства помещенный туда образец создает какое-либо физическое поле  $U(x, y, z)$ . Предположим также, что для каждой точки  $X_{ijk} \langle x_i, y_j, z_k \rangle$  система микроскоп-зонд может определить величину поля  $U_{ijk} \langle x_i, y_j, z_k \rangle$ . Тогда сканирование реализуется следующим образом.

При перемещении зонда в следующую точку  $X_{i+1jk} \langle x_{i+1}, y_j, z_k \rangle$  прибор определяет значение поля в этой точке  $U_{i+1jk} \langle x_{i+1}, y_j, z_k \rangle$ , после чего при

помощи обратной связи координата  $z$  зонда корректируется таким образом, чтобы  $U_{i+1jk'} \langle x_{i+1}, y_j, z_{k'} \rangle \approx U_{ijk} \langle x_i, y_j, z_k \rangle \approx U_0$ , точка

$X_{i+1jk'} \langle x_{i+1}, y_j, z_{k'} \rangle$  считается очередной точкой поверхности, и сканирование продолжается далее по тому же алгоритму. При достижении конца строки ( $i=\max$ ) зонд возвращается к началу следующей строки.

Полученный таким образом массив точек представляет собой поверхность постоянного поля  $U$ . В случае, если это поле – поле силового взаимодействия зонда с поверхностью (режим АСМ), полученная поверхность и будет геометрической поверхностью исследуемого образца.

Если в качестве поля  $U$  выступает, например, поле туннельных токов, то полученная поверхность есть поверхность постоянной работы выхода, а микроскоп работает в режиме СТМ.

Установлен ряд принципов, описывающих взаимодействие зонда с поверхностью. Зонд АСМ принято рассматривать как усеченный конус со сферой на конце. Во взаимодействие зонда и образца будут давать вклады следующие силы: силы отталкивания, вызванные взаимодействием близких к поверхности атомов зонда и образца, силы Ван-дер-Ваальса и капиллярные силы, существующие из-за наличия пленки адсорбата.

$$\vec{F} = \vec{F}_{\text{упр}} + \vec{F}_{\text{вдв}} + \vec{F}_{\text{кан}} \quad (3)$$

Установлено, что для величин Ван-дер-Ваальсового взаимодействия в условиях работы СЗМ, имеем  $F \sim 10^{-8} \div 10^{-9} \text{ Н}$ . Оценив силы капиллярного взаимодействия, получаем  $F_{\text{кан}} \sim 10^{-8} \text{ Н}$ .

Исходя из количественных оценок деформации зонда и образца, получена величина площади пятна контакта около  $3 \text{ нм}^2$ . На основании предложенных оценок был сделан вывод о возможности получения атомарного разрешения только при условии взаимодействия зонда с поверхностью одним атомом.

**В третьей главе** разрабатывается общая концепция исследований средств измерений нанометрового диапазона. В качестве идеальной меры для калибровки 3D координатного средства измерения должна была бы фигурировать 3D решетка, полученная трансляциями куба с известным ребром по всем трем координатным осям  $x$ ,  $y$  и  $z$ . Тогда для каждой узловой точки решетки мы бы точно знали ее координаты. В результате могла бы быть откалибрована механическая система средства измерения по известным координатам узлов такой решетки.

Для каждой точки, находящейся в измерительном пространстве исследуемого прибора, можно поставить в соответствие длины отрезков проекций ее радиус-вектора на координатные оси. Эти длины представляют собой декартовы координаты данной точки.

Экспериментально реализовать такую идеальную систему координат в реальном приборе невозможно. Для калибровки СИ приходится использовать различные геометрические структуры с количественно известной топографией поверхности.

Установлено, что для проверки адекватности разработанной модели измерений при помощи СЗМ необходимо использовать следующие материальные меры субмикронного и нанометрового диапазонов.

Во-первых, это дифракционные решетки производства фирмы Holograte. Они являются рекомендованными ВРМ мерами для калибровки СЗМ. По данным изготовителя, они обладают плоским, квазипериодическим, синусоидальным профилем. Период этой решетки равен  $277 \pm 4$  нм. Глубина модуляции решетки  $88 \pm 10$  нм.

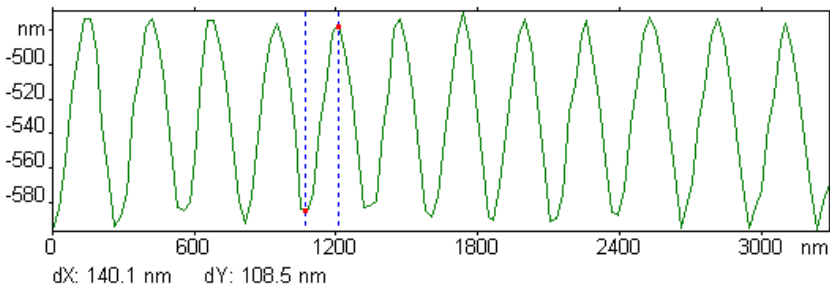


Рис. 2. Сечение решетки Holograte.

Во-вторых, это используемые в РТВ меры для калибровки профилометров и СЗМ со ступенчатым профилем. Характер рельефа на них – ступени с известной высотой. Высота ступеней у различных мер этой группы бывает либо  $7 \pm 1$  нм, либо  $70 \pm 4$  нм, либо  $680 \pm 12$  нм. Их использование



позволяет проводить испытания и калибровку механической системы микроскопа по вертикальной оси (оси Z).

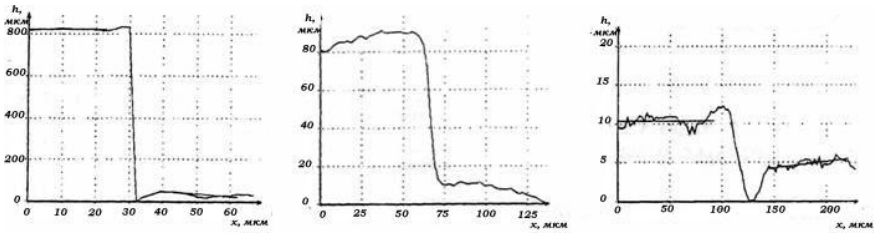


Рис. 3. Сечение ступенек, изготовленных в РТВ.

В-третьих, это меры с шахматным рельефом. Они позволяют определить, насколько точно микроскоп получил единицу длины по всем трем координатным осям. Плюс к тому, за счет истинно трехмерного геометрического характера рельефа они дают возможность оценить ортогональность всех трех осей координатной системы прибора.

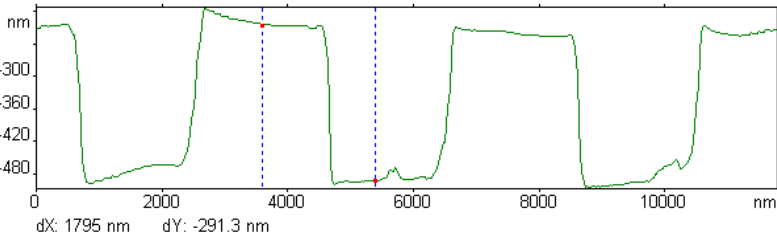


Рис. 4. Сечение шахматной меры.

Результаты сравнительных измерений топографии поверхности решетки Holograte различными приборами нанометрового диапазона приведены в табл. 1.

Показано, что результаты, полученные при помощи СЗМ FemtoScan, соответствуют заявленным характеристикам решетки в пределах погрешности.

Аналогичная картина наблюдается также и для ступенчатых мер высоты. Измеренные значения высоты (7 нм, 72 нм и 692 нм) также попадают в доверительные интервалы для номиналов данных ступенек.

Наконец, измерения параметров ячеек шахматной меры при помощи микроскопа FemtoScan также дало хорошие результаты. Кроме того, экспериментально определенные углы между координатными осями СЗМ FemtoScan оказались близки к  $90^\circ$  (экспериментальные величины  $XOY$ ,  $XOZ$  и  $YOZ$  соответственно равны  $89,2^\circ$ ,  $88^\circ$  и  $91^\circ$ ).

Поскольку применение предложенной модели для измерений при помощи микроскопа FemtoScan дают результаты измерений, хорошо согласующиеся с известными номиналами, то из этого следует вывод об адекватности использованной модели.

Таблица 1. Сравнительные измерения решетки Holograte различными приборами

	<b>СЗМ FemtoSCAN</b>	<b>СЗМ NanoSCAN</b>	<b>Фазовый интерф. Микроскоп</b>	<b>Профилومتر Talystep</b>	<b>СТМ FemtoScan</b>
<b>Период, нм</b>	271±7 нм	278±13нм	250±50 нм	280±20нм	273±6 нм
<b>Глубина, нм</b>	116±11 нм	52±14 нм	98±12 нм	-	75±5 нм
<b>Неровности вдоль штриха, нм</b>	Не более 10 нм	Не более 13 нм	-	-	-

**В четвертой главе** проводится анализ составляющих погрешности измерения при помощи СЗМ.

Выделяются следующие составляющие погрешности геометрических измерений при помощи СЗМ:

1. Нелинейность пьезокерамики. Под этим в зондовой микроскопии подразумеваются вклады  $\alpha_2$ ,  $\alpha_3$  и т.д. в законе для изгиба пьезотрубки (4)

$$\Delta L_x = \frac{\beta}{C} U_x + \alpha_2 U_x^2 + \alpha_3 U_x^3 + \dots \quad (4)$$

Экспериментальные исследования показали, что в области малых деформаций пьезокерамики относительная погрешность измерений, вызванная этим эффектом, не превышает 2%. Данная погрешность соответствует вкладу  $\Delta x_1$ ,  $\Delta y_1$  и  $\Delta z_1$  в формуле (1).

2. Гистерезис пьезокерамики. Описывается вкладами  $\Delta x_2$ ,  $\Delta y_2$  и  $\Delta z_2$  в системе уравнений (1). Экспериментально установлено, что при эксплуатации СЗМ после калибровки сканера погрешность измерения, вызванная этой составляющей, не превышает 3%.

3. Крип – эффект запаздывания реакции пьезокерамики на приложенное электрическое поле. В системе (1) описан вкладами  $\Delta x_3$ ,  $\Delta y_3$  и  $\Delta z_3$ . Из-за принципа действия СЗМ, основанного на сканировании в реальном времени, запаздывание приводит к временным сдвигам и искажениям топографии. Экспериментально измеренная величина погрешности, связанной с этой составляющей, при сканировании в режиме 512x512 точек и времени формирования кадра ~1,5 минуты не превосходит 2%.

4. Температурный дрейф. По данным изготовителя, для СЗМ FemtoScan составляет величину около 1 нм/мин. Для других типов микроскопов его величина по литературным данным имеет тот же порядок. Теоретически показано, что при размере кадра 512x512 точек и времени сканирования ~1,5 мин при рельефе ~75 нм величина относительной погрешности, связанной с этим фактором, не превосходит 1 %. Данный вклад соответствует  $\Delta x_4$ ,  $\Delta y_4$  и  $\Delta z_4$  в системе (1).

5. Старение пьезокерамики. В теоретической модели описывается вкладами  $\Delta x_5$ ,  $\Delta y_5$  и  $\Delta z_5$ . Доказано, что при перекалибровке сканера с периодичностью один раз в три месяца относительная погрешность, определяемая этой составляющей, менее 0,1%.

6. Неопределенность понятия поверхности твердого тела и сил, участвующих во взаимодействии зонд – образец. В модели взаимодействия, описанной уравнением (4), данную погрешность можно считать систематической. Необходимо четко понимать при измерении, что понимается под поверхностью и какие силы дают вклад в суммарное взаимодействие.

7. Эффект уширения. При сканировании образцов, сравнимых по геометрическим размерам с радиусом зонда, можно математически показать, что микроскоп дает большую ширину объекта, чем реальная ширина. В тексте диссертации приводится метод вычисления реальной ширины объекта по измеренной ширине и радиусу острия зонда.

8. Влияние вибраций на механическую систему микроскопа. Экспериментально определено, что при использовании виброразвязки, изоляции микроскопа с помощью стального колпака при соответствии условий измерения ГОСТу на нормальные условия данная составляющая относительной погрешности в наших экспериментах не превосходит величину 0,5 %.

9. Влияние шумов электроники на измерения. Экспериментальное значение данного вклада в относительную погрешность при помощи экранировки металлическим кожухом удастся снизить до величины 0,5%.

10. Погрешность, связанная с электронным шумом устройства измерения изгиба кантилевера (светодиода). В микроскопе FemtoScan применяется четырехсекционный светодиод, включенный по разностной схеме. Благодаря такому схематическому решению, экспериментальное значение этой погрешности всегда было менее 0,5%

11. Погрешности, связанные с конечной точностью аналого-цифровых преобразователей, использованных в микроскопе и т.п. Теоретически вычисленная величина погрешности при кадре 512x512 точек при размере 100x100 нм для микроскопа FemtoScan менее 0,1%.

Отдельно нужно остановиться на том, что при сканировании зондом микроскопа неизбежно происходит деформация или разрушение поверхности образца. Данный эффект также можно рассматривать как одну из составляющих погрешности измерения. Величина его вклада зависит от многих факторов: размера исследуемого объекта, материала зонда и образца, параметров сканирования, установленных экспериментатором, режима сканирования. Теоретически определить данный вклад в погрешность измерений не представляется возможным.

Экспериментально установлено, что на кристаллических образцах при силах прижима  $F \sim 5 \cdot 10^{-8} \text{ Н}$  для микроскопа FemtoScan влияние этого эффекта находится за пределами чувствительности микроскопа.

Подчеркнем, что пункты 1-5 – это погрешности, связанные с механической системой СЗМ, реализованной при помощи пьезокерамических микроманипуляторов. Пункты же 6-11 – это составляющие погрешности электроники и погрешности метода.

Из сказанного выше можно сделать вывод о том, что при данной конструкции средства измерения суммарная относительная величина погрешности средства измерения для нормальных условий при размере кадра 100x100 нм 512x512 точек будет менее 5%.

**В пятой главе** разрабатывается научно-техническое обоснование средств метрологического обслуживания (испытаний, поверки и калибровки) для СЗМ. Под научно-техническим обоснованием средств метрологического обслуживания в настоящей работе понимается обоснование разработки новых

и выбора тех или иных существующих мер для испытаний, поверки и калибровки СЗМ.

В этой главе обсуждаются общие принципы, которые при помощи имеющихся сегодня технических средств позволяют осуществить поверку или калибровку СЗМ. Для проведения испытаний или калибровки необходимо при помощи СЗМ измерить геометрические параметры трехмерной наноструктуры (эталонной меры).

СЗМ является координатным средством измерения, то есть принцип его действия состоит в измерении координат точек поверхности, которую он ощупывает. Идеальным средством для калибровки такого прибора была бы периодическая трехмерная решетка, полученная трансляциями куба известного размера по всем трем координатным осям. Такая конструкция позволила бы непосредственно произвести калибровку механической системы микроскопа.

В отсутствие такой идеальной структуры в качестве практической реализации меры для калибровки могут выступать различные плоские решетки и геометрические структуры. Практически задача испытателя состоит в том, чтобы провести измерения геометрических параметров этих структур и сравнить результаты измерения с заранее известными фактическими значениями этих параметров. Ассортимент имеющихся мер позволяет оценивать точность измерения расстояния порядка десятков и сотен нанометров. Меры имеют ступенчатый или синусоидальный рельеф.

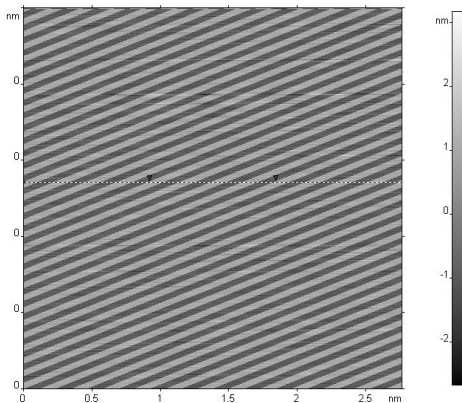
Однако при использовании СЗМ важным является также измерение расстояний порядка единиц нанометров. Аттестованных мер для такого диапазона в настоящее время не существует.

Предлагаемым в диссертации решением задачи является использование так называемой динамической меры. При помощи дополнительного пьезоманипулятора непосредственно внутри СЗМ создаются виртуальные ступени фиксированной высоты. Установлено, что их

геометрические параметры (высота) определяются амплитудой прикладываемого к пьезокерамике напряжения. Показано, что под воздействием периодического (синусоидального или меандрового) электрического сигнала верхняя плоскость пьезоманипулятора совершает перемещения по оси  $Z$  и тем самым формирует виртуальный (синусоидальный или меандровый) рельеф.

Установлено, что параметры такой виртуальной структуры могут быть рассчитаны исходя из данных о входном напряжении, параметров кристалла, из которого изготовлена динамическая мера, и временных характеристиках кадра сканирования. Также параметры этой структуры могут быть измерены интерференционными методами.

Путем сравнения параметров, рассчитанных теоретически или измеренных экспериментально при помощи интерферометра, с данными, полученными от исследуемого СЗМ, проводятся испытания или калибровка СЗМ в той части рабочего диапазона, для которой не существует материальных мер.



File: 3 B  
Image data: Height

Рис. 5. Топограмма динамической меры при меандровом сигнале 3 В.

Также при помощи дополнительного пьезоманипулятора можно осуществить калибровку всего измерительного объема микроскопа. Для этого на его верхней плоскости мы должны закрепить 2D решетку и, поднимая ее по одному шагу (или опуская) в каждой плоскости  $XY$  провести

калибровку микроскопа. Такая система является, по-видимому, самым близким реальным аналогом идеально 3D калибровочной решетки.

Таким образом, в данной главе произведено исследование средств испытания и калибровки СЗМ. Показано, какой диапазон охвачен существующими средствами (геометрическими решетками). Предложено и экспериментально обосновано средство калибровки (динамическая мера) в той части рабочего диапазона СЗМ, которая не охватывается существующими мерами.

**В шестой главе** рассматриваются различные подходы к калибровке СЗМ.

Пошагово разбирается создание научных основ методики испытания и калибровки для микроскопа FemtoScan. Разработанная по этим принципам методика применялась в качестве методики испытания средства измерения и рекомендована как методика поверки для типа СИ FemtoScan. В соответствии с этой методикой последовательно проверяется точность позиционирования зонда относительно образца по всем трем координатным осям (проверяется соответствие средства измерения измерительному уравнению (1)). Также измеряются диапазоны измерения по осям XY и по оси Z. Кроме того, производится проверка других составляющих погрешности. Определяются характеристики прибора, отвечающие за работу в специфических режимах (туннельный, резистивный, магнитно-силовой).

Поскольку диапазон измерений является одной из основных метрологических характеристик, то при испытаниях необходимо его экспериментальное определение. Для проведения измерений необходимо убедиться в диапазоне перемещений пьезокерамической трубки по оси Z. Показано, как провести проверку диапазона измерения высоты с использованием эталонного образца с известной разностью высот.



Для осуществления проверки диапазона измерений по осям X-Y необходимо осуществить сканирование участка горизонтальной 2D решетки.

Для определения теоретического предела минимальной основной погрешности должна быть проведена проверка минимального шага пьезосканера по осям X, Y и Z. Фактически это – минимальный дискретный шаг перемещения, обеспечиваемый ЦАП микроскопа. Его знание необходимо для получения теоретического предела разрешения СЗМ. Установлено, что эта процедура может быть осуществлена с помощью различных 2D-решеток.

Обосновано, что разрешающая способность – одна из основных метрологических характеристик СЗМ. Показано, как определение пространственного разрешения по нормали к образцу может быть проведено с использованием разработанной динамической меры.

Установлено, что необходимо осуществить проверку пространственного разрешения в плоскости образца по координатам X и Y (в латеральной плоскости). Показано, что для этого необходимо использовать тестовые 2D решетки.

Установлено, что для определения погрешности, связанной с электроникой микроскопа, необходимо осуществить проверку пространственного разрешения по осям X, Y и Z, ограниченного суммарными шумами электроники. Эта характеристика показывает, насколько в конкретных условиях измерений влияют различные шумы СЗМ и какая минимальная величина погрешности может быть достигнута при условии идеального зонда и идеальной системы позиционирования.

Следующие параметры реализуют определение характеристик СЗМ, отвечающих за его работу в специфических режимах. Во-первых, это проверка диапазона изменения напряжения на туннельном переходе. Эта характеристика показывает, какую минимальную и максимальную величину напряжения на туннельном переходе мы можем приложить для создания туннельного тока.

Во-вторых, проверка минимального шага дискретизации туннельного напряжения. Фактически это минимальный регистрируемый дискрет туннельного напряжения, или точность по полю  $U$  в режиме туннельного микроскопа.

В-третьих, проверка диапазона регистрации туннельного тока. Для работы в режиме туннельного микроскопа этот диапазон характеризует диапазон возможной приборной регистрации поля  $U$  (см. главу 2).

В-четвертых, проверка диапазона тока в резистивной моде. Для микроскопа в резистивном режиме характеризует возможный диапазон создаваемого тока.

Кроме того, необходима проверка диапазона измерения контактного сопротивления в резистивной моде. Она определяет, в каком диапазоне прибор может определять взаимодействие  $U$  при работе в резистивном режиме.

Для резонансных режимов работы средства измерения (если они реализованы) должны быть испытаны точность детектирования амплитуды и точность детектирования фазы. Это характеризует точность определения амплитуды колебания кантилевера и его фазы в режиме так называемого обстукивания (tapping-mode).

### **Основные выводы**

Проведенные исследования позволяют сделать следующие выводы:

- Разработанные в данной работе теоретические основы принципов измерения геометрических параметров с использованием СЗМ были проверены на адекватность и дали хорошо согласующиеся с экспериментом результаты.

- Экспериментально доказано, что предложенная методика калибровки СЗМ при помощи различных дифракционных решеток и

геометрических мер позволяет определять основные метрологические характеристики прибора.

- Заложены основы принципов аттестации программного обеспечения СЗМ.

- Проведенный анализ погрешностей позволил сделать вывод о значимости каждого вклада в той или иной ситуации. Полученные количественные оценки используются для анализа результатов измерения при помощи СЗМ.

- Предложенный метод испытания и поверки СЗМ с использованием динамической меры позволяет калибровать СЗМ для измерений в диапазоне от 20 нм до 10 000 нм, обеспечивая погрешность измерений не выше 5% во всем диапазоне.

- Разработанные принципы метрологического обслуживания СЗМ позволили создать реальную методику испытания и калибровки для СЗМ FemtoScan.

**Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах:**

1. В.П. Тычинский, А.В. Кретушев, Т.В. Вышенская, С.С. Голубев, Л.С. Ягужинский. «Электрооптический эффект в мультислойных фосфолипидных мембранах». Биомембраны, №3, 2005 г.

2. Л.С. Ягужинский, С.С. Голубев. «Электрооптический эффект в мультислойных фосфолипидных мембранах». Москва, III Международная конференция по биоэнергетике, 2005 г.

3. Л.С. Ягужинский, С.С. Голубев. «Влияние электрического поля на мультислойные системы». VI биофизический Съезд. Воронеж, 2004 г.

4. В.Г. Лысенко, С.С. Голубев, А.В. Пошивалов «Методы и средства обеспечения единства измерений в нанотехнологиях», Мир Измерений, №8, 2005 г.

5. С.Ю. Брянкин, В.Г. Лысенко, С.С. Голубев, К.В. Федосов. «Применение математического моделирования для оценки точности координатных измерений на координатно-измерительных машинах». Научно-техническая конференция «Метрологическое обеспечение прецизионных измерений в судостроении». Сборник докладов. 2006 г., г. Северодвинск.

6. С.С. Голубев, С.Н. Голубев. «Морфология жидкокристаллических биоструктур». Всероссийская школа-семинар «Современные достижения бионаноскопии», 2007 г., сборник тезисов докладов.

7. С.А. Кононогов, С.С. Голубев, В.Г. Лысенко. «Исследование и разработка методов и средств калибровки сканирующих зондовых микроскопов». Десятая Всероссийская научно-техническая конференция «Состояние и проблемы измерений». Сборник материалов. 2008г., г. Москва

8. С.А. Кононогов, С.С. Голубев, В.Г.Лысенко. Исследование измерительных и калибровочных возможностей средств измерений нанометрового диапазона. Законодательная и прикладная метрология. №3 2008 г.