

Федеральное агентство по образованию
Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
Владимирский государственный университет

А.Г. СЕРГЕЕВ

ВВЕДЕНИЕ В НАНОМЕТРОЛОГИЮ

Учебное пособие

Допущено Учебно-методическим объединением вузов по образованию в области прикладной математики и управления качеством в качестве учебного пособия по специальностям «Метрология и метрологическое обеспечение» (200501) и «Управление качеством» (220501)

Владимир 2010

УДК 006.91
ББК 30.10
С32

Рецензенты:

Директор Федерального государственного учреждения «Владимирский центр стандартизации, метрологии и сертификации», кандидат технических наук
Г. И. Барашков

Проректор по инновациям и стратегическому развитию Владимирского государственного университета, доктор физико-математических наук, профессор
С. М. Аракелян

Печатается по решению редакционного совета
Владимирского государственного университета

Сергеев, А. Г.

С32 Введение в нанометрологию: учеб. пособие / А. Г. Сергеев; Владим. гос. ун-т. – Владимир : Изд-во Владим. гос. ун-та, 2010. – 296с.
ISBN 978-5-9984-0027-8

Пособие содержит основные сведения по метрологическому обеспечению различных технологических операций в сфере nanoиндустрии. Рассмотрены становление в XX – XXI вв. и концепции развития нанометрологии. Подробно изложены современные основы технического обеспечения нанометрологии. Освещены вопросы нестабильности, точности и неопределенности nanoизмерений. Особое внимание уделено основным метрологическим операциям – поверке и калибровке сканирующей зондовой микроскопии.

Изложены организационные принципы нанометрологии в России. Приведен перечень вузов, работающих в сфере nanoиндустрии, и основные направления их исследований в данной области.

Предназначено для студентов и аспирантов, изучающих вопросы нанотехнологии, а также может быть полезно инженерно-техническим работникам, связанным с проблемами nanoиндустрии.

УДК 006.91

ББК 30.10

© Владимирский государственный университет, 2010

ISBN 978-5-9984-0027-8

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. СТАНОВЛЕНИЕ НАНОИНДУСТРИИ И КОНЦЕПЦИЯ НАНОМЕТРОЛОГИИ.....	10
1.1. Возникновение нанометрологии	10
1.2. Нанометрология за рубежом	16
1.3. Положение России в сфере наноиндустрии.....	21
1.4. Концепция развития нанометрологии	29
ГЛАВА 2. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ НАНОМЕТРОЛОГИИ.....	37
2.1. Методы и средства интерференционных измерений.....	37
2.2. Использование принципов микроскопии в наноизмерениях.....	45
2.2.1. Оптическая микроскопия.....	45
2.2.2. Электронная микроскопия.....	53
2.3. Сканирующая зондовая микроскопия	68
2.3.1. Виды сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ)	68
2.3.2. Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ).....	70
2.3.3. Атомно-силовой микроскоп (АСМ)	84
2.4. Разновидности ближнепольной микроскопии.....	102
2.5. Спектроскопия в нанометрологии	114
2.6. Сравнительный анализ технических средств нанометрологии ..	127
ГЛАВА 3. НЕСТАБИЛЬНОСТЬ, ТОЧНОСТЬ И НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ НАНОИЗМЕРЕНИЙ	139
3.1. Основные положения	139
3.2. Измерение линейных размеров рельефных наноструктур.....	142
3.3. Точность измерения линейных наноразмеров.....	148
3.4. Погрешности измерения длины волны и частоты лазера	154
3.5. Нестабильность мощности излучения лазеров.....	159
3.6. Разрешающая способность растрового электронного микроскопа.....	161
3.7. Оценка расходимости лазерного излучения	163
3.8. Особенности наноизмерений в АСМ-режиме	165
3.9. Введение концепции неопределенности	170
3.10. Погрешность и неопределенность	175
3.11. Этапы оценивания погрешностей и неопределенностей.....	179
3.12. Пример вычисления погрешности эталона (по данным ВНИИМ).....	185

ГЛАВА 4. ПОВЕРКА И КАЛИБРОВКА В СФЕРЕ НАНОМЕТРОЛОГИИ.....	187
4.1. Общие сведения	187
4.2. Рельефные меры для нанометрового диапазона	198
4.2.1. Классификация тест-объектов.....	198
4.2.2. Поверка рельефной меры.....	203
4.2.3. Калибровка рельефной меры.....	213
4.3. Измерительные растровые электронные микроскопы (РЭМ)	217
4.3.1. Поверка растровых микроскопов.....	217
4.3.2. Стандартная калибровка растровых микроскопов.....	222
4.3.3. Калибровка РЭМ по двум координатам.....	225
4.4. Атомно-силовые измерительные зондовые микроскопы (АСМ)	228
4.4.1. Поверка АСМ.....	228
4.4.2. Калибровка АСМ.....	231
4.4.3. Калибровка АСМ по трем координатам	236
ГЛАВА 5. ОРГАНИЗАЦИОННЫЕ ОСНОВЫ НАНОМЕТРОЛОГИИ	241
5.1. Основные положения	241
5.2. Стандартизация и сертификация в наноиндустрии	249
5.3. Цели и задачи Регионального отделения ЦМО.....	253
5.4. Управление деятельностью РО ЦМО.....	254
5.5. Направления работ в области нанометрологии.....	261
5.6. Организация исследований и кадровое обеспечение наноиндустрии.....	263
5.7. Проблемы и задачи нанометрологии.....	270
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	281
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	293

ВВЕДЕНИЕ

В начале XXI века слова «нанотехнология», «наноиндустрия», ранее известные относительно узкому кругу специалистов, стали широко использоваться практически во всех сферах деятельности человека. Полагают, что термин «нанотехнологии» впервые ввел в 1974 г. японский исследователь Танигути [1].

Правда, российский академик А.И. Русанов считает, что само слово «нано» – это жаргон, внесенный неспециалистами в коллоидную химию. Ученые, давно работающие в области коллоидной химии с мелкораздробленными частицами, употребляют классический устоявшийся термин «ультрадисперсные системы». Академик сетует: «получается, что если выражаться правильным научным языком, то финансирования не получишь, потому что пропуском сейчас звучит только «нано». Тем не менее, корректировка понятий вряд ли состоится из-за широкого распространения слова «нано» во всем мире.

Вообще, термины «наноиндустрия», «нанотехнология», «нанометрология» и т.п. лингвистически некорректны, т.к. приставка «нано» придает целому слову весьма уменьшительный оттенок, что не соответствует характеру термина (не может быть очень маленькой индустрии, технологии или метрологии). Поэтому приставка «нано» здесь характеризует лишь объект наблюдения или производства.

Итак, слово «нано» означает одну миллиардную долю чего-либо. Поэтому нанометр (нм) – миллиардная часть метра. Это примерно размер атомов, от взаимного расположения и количества которых зависит вид того или иного вещества, а также его свойства. $1 \text{ нм} = 10^{-9} \text{ м}$ и составляет 10 ангстрем ($1 \text{ нм} = 10 \text{ \AA}$).

Нелишне помнить, что все органические вещества, вирусы, бактерии, животные и люди образованы всего из трех наименований атомов (с небольшими добавками) – углерода, кислорода и водорода. Все зависит от

формы кристаллической решетки или структуры химической молекулы, содержащей атомы. Действительно, одни и те же атомы углерода в одной структуре образуют мягкий графит, а в другой – образец твердости – алмаз. Ученые говорят: «Твердое тело – это не то, что ощущается твердым, а то, что имеет упорядоченную структуру».

Если состав физических и химических веществ ученые научились определять довольно быстро, то сложнее было изучать взаимное расположение атомов. При различных технологических процессах или природных условиях образовывались вещества с различными свойствами. И эта задача различными физическими методами была к концу прошлого века в основном решена. Сейчас мы можем определить, куда в структуре при различных технологиях попадают дополнительные атомы, от которых зависят свойства вещества. Но их распределение в массе кристалла хаотическое, неупорядоченное. Сегодня мы уже имеем возможность собирать под контролем физических методов наблюдения кристаллы нужных свойств из отдельных атомов, как из деталей конструктора. То есть видеть и перемещать отдельные атомы размером в одну миллиардную долю метра. Отсюда и название – нанотехнологии.

Надо сказать, что поскольку весь мир состоит из молекул и атомов, т.е. наночастиц, то любой предмет можно снабдить приставкой «нано», что привело бы к нелепицам. Поэтому под словом нанотехнологии следует понимать только поштучную сборку вещества из отдельных атомов.

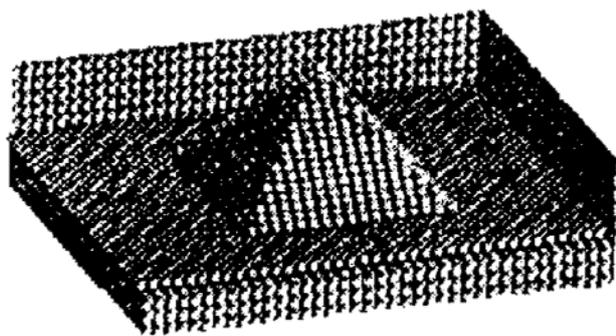


Рис. В.1. Квантовая точка

Некоторые образцы таких изделий уже существуют в лабораториях ученых, но реальный наноассамблер уже существует в виде атомно-силового микроскопа. При помощи его иглы (наконечника) физики научились манипулировать молекулами и даже строить монокристаллы из так называемых «квантовых точек» - искусственных атомов. Квантовые

Один из теоретиков наномира футуролог Эрик Дрекслер (США) предсказывает появление в недалеком будущем дистанционно управляемых нанороботов – ассамблеров, способных создавать любые вещества, материалы и конструкции за считанные секунды путем манипулирования отдельными

точки (рис. В.1) создаются на основе обычных неорганических полупроводниковых материалов и представляют собой большие молекулы, состоящие из нескольких тысяч атомов. В отличие от настоящих атомов, которые все строго одинаковы, у квантовых точек существует неизбежный разброс по форме и размерам. Таким образом, квантовая точка – это искусственный атом, лишенный ядра. Какой именно «натуральный» атом представлен искусственным, определяется числом избыточных электронов, заключенных в квантовой точке. Самое замечательное заключается здесь в том, что, несмотря на отсутствие ядра, искусственные атомы реагируют друг на друга точно так же, как и натуральные, и вступают в те же связи. Проще говоря, вещество, созданное из искусственных атомов, теоретически не будет отличаться по своим свойствам от природного.

Если электроны в определенной зоне ограничивать в их движении электростатическим полем, то, варьируя напряжение, подаваемое в эту «зону», в принципе можно регулировать число электронов, попадающих внутрь «зоны» и выходящих из нее. Попросту говоря, достаточно будет слегка передвинуть «рычажок» реостата, чтобы превратить искусственный свинец в искусственное серебро или золото – и обратно. Мечта средневековых алхимиков воплощается в жизнь в XXI веке!

Сегодня нанотехнологии бурно развиваются в таких областях, как информатика, электроника, медицина, строительство, сельское хозяйство.

Перспективными направлениями развития нанотехнологий для получения новых материалов и структур являются: углеродные наноматериалы, наноструктурные металлические, керамические и композиционные материалы; наноматериалы для спинтроники и фотоники; магнитные наноматериалы, наноструктурные катализаторы, органические и полимерные наноматериалы.

Масштабное применение нанотехнологии нашли в космической технике, что позволит радикально улучшить массо-габаритные характеристики космических аппаратов, продлить сроки их пребывания на тех или иных орбитах, решить проблемы энергообеспечения функционирования этих аппаратов. Именно использование наноматериалов, наномеханизмов может сделать реальностью пилотируемые полеты на Марс, освоение поверхности Луны.

Более общим, чем нанотехнологии, есть понятие наноиндустрии, включающее в себя нанонауку, соответствующие оборудование и средства измерения, сырье и материалы, нанопродукцию и, естественно, сами нанотехнологии.

Развитие nanoиндустрии свидетельствует о том, что мир подошел к следующему виду (фазе) научно-технической революции. Как показано в работе [4], первая научно-техническая революция носила индустриально-энергетический характер. Она изменила облик мира со второй половины XVIII века путем качественного изменения производной энергии, машинного производства и перестройкой экономики государства.

Вторая научно-техническая революция (с 70-х годов XX века) связана с качественными изменениями в процессах получения, переработки, передачи и хранения информации. Полупроводники, интегральные микросхемы, компьютеры и Интернет на глазах одного поколения людей изменили мир.

Сегодня получение любого продукта осуществляется по принципу «сверху вниз». То есть из большого объема заготовительного материала получают необходимую продукцию с нужными характеристиками (деталь из большой болванки – заготовки, металл из большого количества руды, транзистор из большой номенклатуры комплектующих материалов, рубашку из большого куска полотна и т.п.). При этом в потребительский продукт в среднем превращается не более 10 % (иногда даже 1,5 – 2 %) исходного сырья, остальное идет в отход. Учитывая, что все земные ресурсы ограничены и конечны, тупиковый путь развития по изложенному принципу очевиден.

Нанотехнологии предлагают процесс «снизу вверх», т.е. создание материалов с заранее заданными свойствами из отдельных молекул и атомов. Именно так происходит и в природе, когда из элементарных клеток вырастают разнообразные живые организмы. Реализация принципа «снизу вверх» и определяет третью фазу научно-технической революции, очевидцами и в разной степени участниками которой все мы, живущие в начале XXI века, и являемся.

Сегодня нужно говорить о глобальном рынке нанотехнологий, на который мы выходим. К 2014 году с их помощью будет производиться примерно 17 % продукции, объем ее может достигнуть 3 триллионов долларов. В развитых странах нанотехнологии уже применяют при производстве 80 групп потребительских товаров, 600 видов сырьевых материалов, комплектующих изделий и промышленного оборудования, что порождает целые гроздья стандартов и нормативов.

В России выпуск нанопродукции тоже постепенно нарастает. При этом факторы риска и безопасности внедрения нанотехнологий, производ-

ства и применения нанопродукции лишь недавно попали в поле зрения ученых. Например, методы определения токсичности нанопродуктов, их воздействия на человека малоэффективны или вообще отсутствуют.

Безусловно, масштабное развитие nanoиндустрии невозможно без соответствующего ее метрологического обеспечения (МО). Поэтому все изложенное привело к возникновению нового направления в метрологии – нанометрологии. Метрологическое обеспечение единства измерений в нанотехнологиях связано с созданием эталонов физических величин, эталонных установок, разработкой методик поверки (калибровки) средств измерений, применяемых в нанотехнологиях, разработкой и аттестацией методик, выполнения измерений физико-химических параметров и свойств объектов нанотехнологий.

В соответствии с новым Федеральным законом № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» от 26.06.2008, введенным с 01.07.2008, принципы МО должны носить опережающий характер и использоваться в любых без исключения технологических процессах и научных исследованиях, что, безусловно, относится и к нанотехнологиям (nanoиндустрии).

Необходимость опережающего развития измерительной информации на рынке современных технологий постоянно подчеркивается в ежегодных докладах Национального Института Стандартов и Технологий США (NIST). По утверждению NIST, «Инновации в измерениях и метрологии зачастую будут являться фактором успешного технологического прорыва почти во всех сферах экономики. В первой четверти XXI века особые надежды связаны с нанотехнологиями». См. Swyt D. An Assessment at the United States Measurement System. NIST Special Publication 1048, 2007, 64 pp.).

В свете изложенного, любые разработки по формированию и развитию нанометрологии весьма актуальны и своевременны.

Глава 1. СТАНОВЛЕНИЕ НАНОИНДУСТРИИ И КОНЦЕПЦИЯ НАНОМЕТРОЛОГИИ

1.1. Возникновение нанометрологии

Возникновение нанометрологии, естественно, связано с появлением понятий «нанотехнологии» и «наноиндустрии». Современные исследователи считают, что основанием прогресса в сфере «нано» стало изобретение в 1948 году транзистора, который генерирует, усиливает и преобразует электрические сигналы.

Сначала на одной полупроводниковой кремниевой пластине удалось разместить несколько транзисторов, потом – целые схемы, которые стали называть интегральными. В течение двух десятилетий обычные интегральные схемы сменились большими, с числом транзисторов до 10000, затем сверхбольшими (100000), а сегодня счет идет уже на миллионы. Естественно, что размеры элементов интегральных схем при этом стремительно уменьшались. В серийных схемах они сжались до 2-3 микрон, а в отдельных образцах и до 0,1-0,2 микрон, т.е. до 100 нанометров. Таким образом, размеры элементов устремились к размерам атома в нанометровый диапазон.

Поскольку впервые слово «атом» мир узнал еще в 400 году до н.э. от древнегреческого философа Демокрита, то именно его можно считать «отцом» современной наноиндустрии. На интуитивном уровне человечество всегда пользовалось нанотехнологиями. Например, установлено, что в древние и средние века при производстве фарфора, стекла, мозаики, дамасской стали и многого другого использовались наночастицы золота, серебра (чаша Ликурга в Британском музее) и других металлов, придающих изделиям необыкновенный цвет, устойчивость к внешним воздействиям, твердость и стойкость.

В 1661 году ирландский химик Роберт Бойль впервые употребил слово «кластер» для обозначения взаимосвязи атомов, молекул, ионов в ультрадисперсных растворах. Сегодня понятие «кластер» применительно к нанотехнологиям – есть структура, состоящая из нескольких равноправных частей, сохраняющая свою полноценную функциональную работоспособность при выходе из строя произвольных составляющих его компонентов.

В 1883 году американский изобретатель Джордж Истмен (основатель компании «Kodak») изготовил фотопленку. Процесс фотографии также основан на нанотехнологиях, поскольку его суть – это образование наночастиц серебра под действием солнечного света.

Дальнейшее развитие научных исследований в сфере нанотехнологий относится уже к XX веку.

В 1931 году немецкие физики Макс Кнолл и Эрнст Руска создали электронный микроскоп, который впервые позволил исследовать нанобъекты. В эти же годы в Ленинградском физико-техническом институте (ЛФТИ) под руководством академика А.Ф. Иоффе проводятся исследования в области полупроводников, заложившие основы современной электроники. Сотрудник ЛФТИ Г.А. Гамов 70 лет тому назад теоретически обосновал так называемый эффект туннелирования, который сегодня широко используется в нанотехнологиях. Г.А. Гамов впервые получил решения уравнения Шредингера, описывающие возможность преодоления частицей энергетического барьера даже в случае, когда энергия частицы меньше высоты барьера. Новое явление, названное туннелированием, позволило объяснить многие экспериментально наблюдавшиеся процессы, понять большой круг явлений. Открытие Г.А. Гамова помогло понять свойства и поведение полупроводников и сверхпроводников. Лишь 30 лет спустя появились туннельные диоды японца Есаки.

Классическая физика утверждает: «в электрической цепи, разорванной барьером из изолятора, ток течь не будет». Квантовая же механика допускает, что если барьер достаточно тонок, то электроны могут «туннелировать» (просачиваться) сквозь него. Чем тоньше барьер, тем выше вероятность туннелирования электрона.

В 1982 году два физика Герд Бинниг и Генрих Рорер в Исследовательской лаборатории фирмы IBM в Цюрихе (Швейцария) сконструировали прибор совершенно нового типа, с помощью которого можно было рассматривать отдельные атомы на поверхности. Создателям этого прибора – сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) – в 1986 году была присуждена Нобелевская премия. В основу изобретения ученых лег туннельный эффект.

Исследователи всего мира, занимающиеся физикой поверхности, убедились, что туннельный микроскоп позволяет разглядывать поверхность с точностью до атома. Однако у СТМ есть один недостаток: с его

помощью можно изучать только материалы, хорошо проводящие электрический ток. Такое ограничение вытекает из самого принципа работы СТМ – для эффективного туннелирования электронов через зазор между поверхностью исследуемого образца и чувствительным элементом прибора (иглой) на поверхности должно быть много, как говорят физики, электронных состояний. Поэтому когда исследователи принялись изучать с помощью СТМ непроводящие вещества, они были вынуждены покрывать такие вещества металлической пленкой либо «пришивать» их к поверхности проводника, например золота.

Но вот в конце 1986 года тот же Бинниг предложил конструкцию прибора нового поколения, который тоже позволяет исследовать поверхности с точностью до атома, но уже вовсе не обязательно электропроводящие. Новый прибор был назван атомным силовым микроскопом, и сегодня именно он представляет наибольший интерес для исследователей.

В 1985 году американские ученые Р. Смейли и В. Курл совместно с

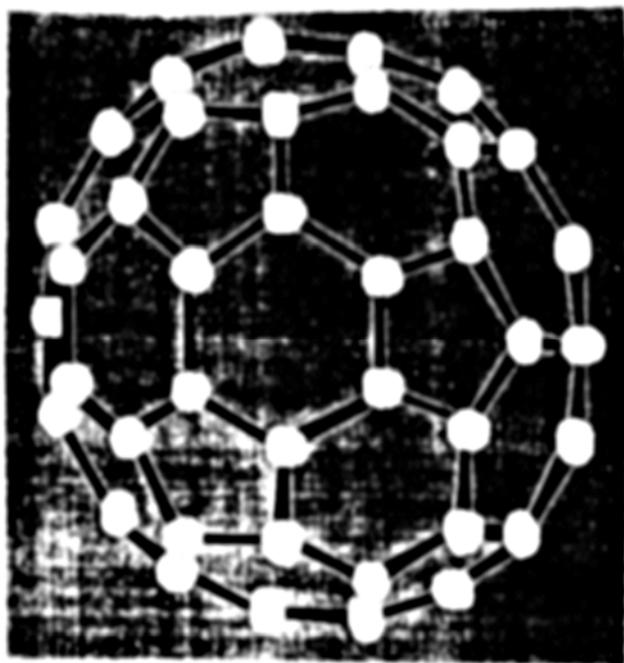


Рис. 1.1. Фуллерен

английским исследователем Т. Крото открыли новую формулу углерода – фуллерен, за что в 1996 году удостоены Нобелевской премии. Фуллерен – одна из форм углерода, наряду с другими: алмазом, карбидом, графитом. Это полая частица, внешне похожая на футбольный мяч, состоящая из 20 шестиугольных и 12 пятиугольных фигур (как бы обтягивающих мяч), что иллюстрирует рис. 1.1. Своим названием он обязан инже-

неру Р. Фуллеру, создающему свои конструкции по этому же принципу (20 шестиугольных и 12 пятиугольных граней). Классическая (или бакмистер) молекула фуллерена состоит из 60 атомов углерода (C_{60}), расположенных в вершинах правильных 6- и 5-угольников. Но могут формироваться и другие структуры с количеством 28, 32, 50, 60, 70, 76 и т.д. атомов.

Фуллерены относятся к основным видам наноматериала (структуры размером менее 100 нм), наряду с нанопорошками, нанокомпозитами, нанопленками, нанопотрубками и др.

Таким образом, становление и новые открытия в nanoиндустрии потребовали возникновения нового направления в метрологии – нанометрологии.

Одна из особенностей сферы нанотехнологий – действие в ней физических законов, отличных от законов макромира. Это неизбежно сказывается на методах и средствах познания. Требуются совершенно новые приборы, а порой и принципы измерений. Необходимы унификация и четкая классификация метрологического оборудования, в частности зондовых и сканирующих микроскопов. Не исключаю даже появления новых видов физических величин для измерений в нанодиапазоне.

Нанометрология – это метрология в нанодиапазоне. Метрология, с одной стороны, – это наука об измерениях, методах и средствах достижения их повсеместного единства и требуемых точностей. С другой стороны, – это институт обеспечения единства измерений в стране, включающий стандартизацию единиц физических величин, их воспроизведение с наивысшей точностью с помощью государственных эталонов и передачу размеров единиц физических величин иерархическим образом сверху вниз всем средствам измерений (приборам), допущенным к применению на территории страны. Именно уровень точности и достоверности измерений способен либо стимулировать развитие соответствующих отраслей, либо служить сдерживающим фактором.

Отличие нанометрологии от обычной метрологии обусловлено тем, что переход в область нанометровых масштабов сопровождается не только количественными, но и качественными изменениями свойств вещества. Развитие нанометрологии требует пересмотра физического смысла определений единиц измерений в контексте с квантовыми явлениями, определяемыми фундаментальными физическими константами (ФФК), и флуктуационными явлениями, характерными для нанообъектов. В нанометрологии также существует проблема выбора методов и средств измерений, а также выбора параметров нанообъектов, необходимых для создания их эталонов.

Приведем основные новые явления и эффекты, которые возникают и используются при проведении исследований в нанодиапазоне [5]:

- атомная диффузия сквозь пограничные поверхности порождает эффективный механизм переноса вещества при относительно более низких температурах по сравнению с обычным процессом. Это явление может быть использовано, например, для значительного увеличения чувствительности газового датчика, кинетики диффузии водорода в его хранилищах или для снижения рабочей температуры в топливных элементах с твердым оксидом;
- если размер кристалла меньше средней длины свободного пробега электрона, то по причине рассеяния на границе зерна (гранулы) будут уменьшаться электронная проводимость и температурный коэффициент;
- благодаря поверхностным эффектам и малому размеру частиц видоизменяется фотонный спектр, т.е. возникает так называемый эффект локализации;
- изменения ширины запрещенной зоны в уменьшенных до наноразмеров частицах полупроводника приводят к голубому смещению (сдвигу) люминесценции;
- связанная с изменением размеров частиц релаксация люминесценции в наночастицах оксида приводит к изменениям оптических свойств и поэтому представляет интерес для оптико-электронного приборостроения;
- сокращение размеров квантовых точек до размера окрестности точки, в которой присутствуют всего несколько электронов, становится технологической основой спинтроники;
- поверхностные эффекты в магнитных материалах регулируют магнитные свойства тонких слоев, что позволяет создавать более совершенные устройства магнитной регистрации данных и более чувствительные магнитные датчики (пример – сверхбольшое магнитное сопротивление);
- в металлах с размерами зерен менее 100 нм границы между зернами сильно влияют на их механические свойства. Этот механизм может привести к созданию материалов со сверхвысокой прочностью и пластичностью;
- из-за влияния пограничных эффектов и напряжений термодинамическое фазовое равновесие претерпевает сдвиг или другие изменения, что приводит к высвобождению энергии системы, в результате чего возможно производство новых неравновесных (неустойчивых) материалов с неизвестными доколе свойствами;

- при взаимодействии наноматериалов грандиозно изменяются их трибологические свойства. Эти изменения приводят к уменьшению трения и износа подшипников в микросистемах и микрохирургических инструментах.

Эффекты и явления в наноматериалах и их возможное применение представлены в табл. 1.1.

Таблица 1.1

Возможное применение эффектов в наноматериалах

Эффект наноразмера	Применение
Увеличенное отношение площади поверхности к объему, усиленная реактивность	Катализ, солнечные элементы и батареи, газовые датчики
Низкий порог перколяции (просачивания, фильтрации)	Проводимость материалов, чувствительные элементы датчиков
Увеличенная стойкость и износостойчивость, порождаемая уменьшением размеров зерен (гранул)	Стойкие покрытия, инструменты, защитные слои
Сужение шины запрещенной зоны при одновременном уменьшении размера зерна (гранулы)	Оптоэлектроника
Повышенное удельное сопротивление при одновременном уменьшении размера зерна (гранулы)	Электроника, пассивные элементы, чувствительные элементы датчиков
Улучшенная атомная кинетика переноса	Батареи, хранилища водорода
Пониженная температура плавления и агломерации (спекания)	Обработка материалов, низкая температура агломерации (спекания) материалов
Повышение надежности, снижение уровня усталости	Электронные компоненты

Все страны, в которых на уровне правительства приняты программы создания и развития наноиндустрии, осознают необходимость опережающего развития метрологии, стандартизации и сертификации в этой области. В наноиндустрии как ни в какой другой сфере деятельности человека справедлив тезис: «Если вы не можете это измерить, то вы не можете это сделать». Наноспециалисты вынуждены следовать девизу: «прогресс в области нанотехнологий невозможен без прогресса в нанометрологии». Поэтому нанометрология должна быть обязательной составляющей всех разновидностей нанотехнологии.

Об этом же свидетельствует и большое число провайдеров, участвующих в решении метрологических проблем нанотехнологий: метрологические (калибровочные) лаборатории; провайдеры коммерческих метрологических служб; поставщики компонентов; лаборатории, работающие по контрактам; фирмы менеджмента и консалтинга; правительственные лаборатории и организации; независимые лаборатории испытаний и сертификации; промышленные лаборатории; партнерство с промышленными консорциумами; приборостроители и поставщики средств измерений; поставщики материалов; национальные метрологические институты; инвесторы из малого бизнеса; разработчики программного обеспечения; разработчики стандартов; испытательные лаборатории; университеты.

Это же обстоятельство обусловлено и разнообразием величин, измеряемых в нанотехнологиях: биологические; химические; физические; физиологические; акустические; электронные/электрические; магнитные; оптические; фотонические; радиочастотные; термические и термохимические; термические и термодинамические; термические и термофизические; характеристики вычислительных средств; характеристики программного обеспечения; системные характеристики; кинетические; механические; молекулярные; пространственные.

По прогнозам экспертов оптимистичная динамика (рис. 1.2) позволяет достичь к 2015 году продукции нанотехнологий в объеме около 3,5 триллионов долларов США.

Это будет соответствовать тому, что примерно 17 % товаров к 2014 – 2015 годам будут произведены с помощью нанотехнологий.

1.2. Нанометрология за рубежом

В нынешних условиях прогресс в области нанометрологии напрямую зависит от степени участия в разработке проблем nanoиндустрии самого государства.

Первой страной, оценившей фантастические возможности нанотехнологий, стали США. Еще в период 1996 – 1998 годов США поставили цель – стать мировым лидером практически во всех видах nanoиндустрии. В феврале 2000 года была принята обширная долгосрочная научно-техническая программа под названием «Национальная нанотехнологическая инициатива» (ННИ), рассчитанная на 20 лет. Президент США, представляя эту программу, особо выделил три важных направления:

- создание новых высокопрочных и в то же время сверхлегких материалов, в том числе на основе углеродных нанотрубок;
- разработка и создание сверхмощных информационных систем сверхмалых размеров на основе квантово-размерных эффектов;
- ранняя диагностика раковых заболеваний на основе био- и медицинских микророботов, сравнимых по размерам с биологической клеткой, которых можно вводить в организм человека для диагностики и уничтожения вирусов или клеток пораженных тканей.

В НИИ включено большое число долгосрочных и среднесрочных научно-исследовательских программ и проектов. Подписанный президентом США Бушем в 2003 году Акт об исследованиях и развитии нанотехнологий в XXI веке предполагает фронтальное решение проблемы нанотехнологий как в фундаментальном, так и в прикладном направлениях с выделением свыше тысячи направлений поиска.

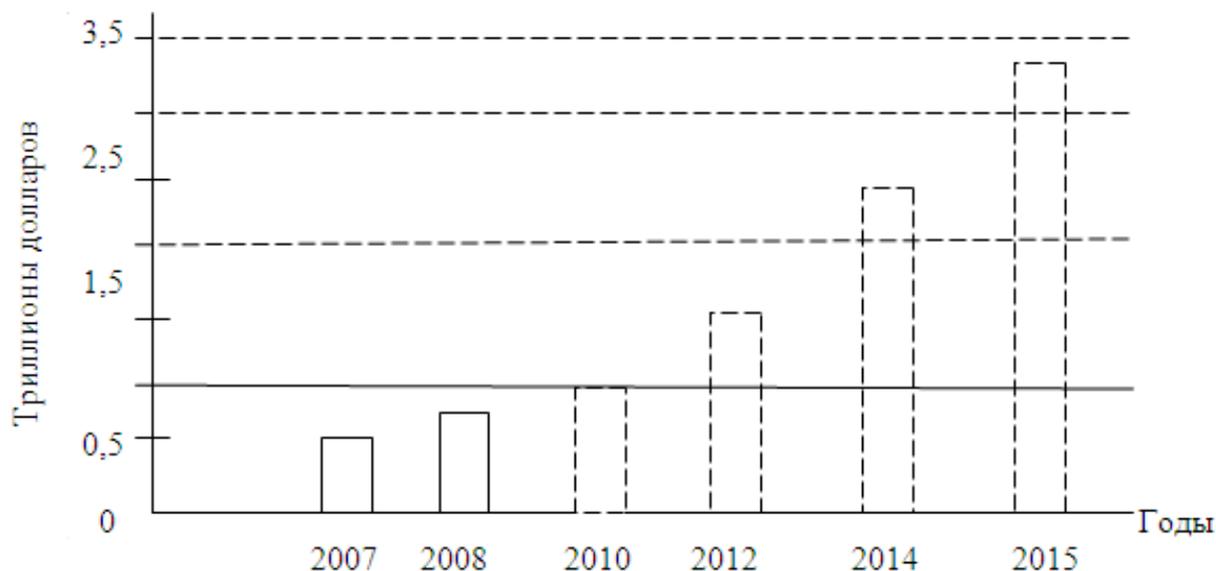


Рис. 1.2. Прогноз объёмов мирового рынка нанотехнологий

Ежегодное бюджетное финансирование этой программы достигло в последние годы более одного млрд. долларов. Такая же сумма инвестируется частным бизнесом. Созданная в США инфраструктура по нанотехнологиям включает ведущие университеты, национальные лаборатории, производственные и венчурные компании. Число продуктов, произведенных в США с помощью нанотехнологий, уже достигает 5 тысяч.

Экспертные оценки показывают, что на метрологическое обеспечение развития микроэлектроники в направлении наноэлектроники в США

ежегодно тратится более 4 млрд. долларов. Метрология в области нанотехнологий теснейшим образом связана со стандартизацией. Технические комитеты по стандартизации (ТК) в странах с активно развивающимися нанотехнологиями стали создаваться в 2004 – 2005 годах. Так, в США в настоящее время стандартизацией в области нанотехнологий занимаются три организации: ASTM, ANSI и IEEE. В США в разработке находится не менее 30 стандартов в области нанотехнологий.

В области нанотехнологий и нанометрологии сегодня наиболее известны работы Национального института стандартов и технологий (NIST, США).

В 2001 году и в Японии была принята государственная программа «Нанотехнология и будущее общество» под девизом «создание общества гармонии с природой». Программой предусмотрено и развитие нанометрологии.

Решение задач нанометрологии осуществляется на основе международного сотрудничества. В первую очередь, здесь надо отметить создание в ноябре 2005 года Технического комитета Международной организации по стандартизации (International organization for standardization – ISO) ISO/TC 229 «Нанотехнологии» (ТК ИСО 229). Организатор заседания – Британская организация по стандартизации. Британское руководство подчеркивает важность измерений в понимании воздействия наночастиц. Измерения позволяют осуществлять:

- идентификацию источников эмиссии наночастиц;
- оценку эффективности любой применяемой меры контроля;
- выявлять любые отказы или ухудшения мер контроля, результатом которых может стать серьезная угроза здоровью.

Первоочередные задачи ISO/TC 229, сформулированные странами-участницами заседания, состоят в стандартизации по следующим направлениям: термины и определения, метрология и методы испытаний и измерений, стандартные образцы состава и свойств, моделирование процессов, медицина и безопасность, воздействие на окружающую среду. Решение этих задач, по мнению специалистов, даст мощный импульс развитию нанотехнологий и их практическому применению в различных отраслях экономики.

В рамках Технического комитета ISO/TC 229, секретариат которого ведет Британский институт стандартов, деятельность подкомитета по мет-

рологии, методам измерений и испытаний координирует Япония, подкомитета по терминам и определениям – Канада, подкомитета по здоровью, безопасности и окружающей среде – Соединенные Штаты Америки.

Наряду с американскими институтами и Британским институтом стандартов (BSI) наиболее активными участниками разработки нанометрологических проблем выступают: Национальная физическая лаборатория Великобритании (NPL), Национальный метрологический институт Франции (LNE), Физико-технический институт Германии (PTB).

В Международной электротехнической комиссии (МЭК) технический комитет ТК 113 «Стандартизация нанотехнологии для электротехнических и электронных изделий и систем» ведет Немецкий институт стандартов.

ИСО ТК 229 состоит из консультативной группы и трех рабочих групп (РГ): «Терминология и номенклатура», «Измерения и характеристики» и «Медицинские, экологические аспекты и безопасность нанотехнологии». В состав активных членов входят 29 стран, включая Российскую Федерацию, 10 стран являются наблюдателями на заседаниях ТК.

Анализ принятых и разрабатываемых стандартов показывает, что в основном они формируются в три группы:

- стандарты на измерения и испытания (включая терминологию);
- стандарты на качество и безопасность (включая здоровье);
- стандарты на совместимость и взаимодействие.

Особое внимание уделяется оценке токсичности наночастиц, разработке методов оценки токсичности и создания «каталога» наночастиц с рейтингом токсичности. Вводится понятие зараженности окружающей среды наночастицами – «дозы», аналогично «дозе радиоактивности».

В странах Европейского Сообщества следует выделить и НАНОФОРУМ, который объединяет специалистов разных дисциплин, а также национальные и региональные системы распространения информации о современном состоянии и тенденциях развития нанотехнологии преимущественно в европейских странах. Он служит центром сбора и последующего распространения информации о программах исследований, технологических достижениях и успехах, возможностях спонсирования разработок и о перспективах развития нанотехнологии.

В Консорциум НАНОФОРУМ входят:

The Institute of Nanotechnology (Великобритания)

VDI Technologiezentrum (Германия)

CEA-Leti (Франция)
Malsch Techno Valuation (Нидерланды)
METU (Турция)
Monte Carlo Group (Болгария)
Institute of High Pressure Physics, Polish Academy of Sciences “Uni-
press” (Польша)
Europen Nanotechnology Trade Alliance (Великобритания)
Spinverse (Финляндия)
EFG (Австрия)
Nano Ned (Нидерланды).

В Европе серьезно относятся и к обучению специалистов принципам нанометрологии. Так, например, обращает на себя внимание курс подготовки нанометрологов под названием EUSPEN, который содержит преимущественно относящиеся к физике и электронной промышленности методики определения характеристик и параметров наноструктур.

Подсчитано, что в Европе, начиная с 1990 года, лишь 7 % публикаций в сфере нанотехнологий относятся непосредственно к нанометрологии, причем появились они только в течение последних 10 лет.

Число патентов в области «чистой» нанометрологии пока не превысило двадцати.

В специальном «Бюллетене синтезируемых материалов» отражены те метрологические направления и отрасли науки и техники, которые в первую очередь нуждаются в стандартизации методик и средств измерений:

- направления и приборы для научных исследований: растровые зондовые микроскопы (включая растровую оптическую ближнепольную микроскопию); растровые электронные микроскопы; просвечивающие электронные микроскопы; рентгеновская интерферометрия; рентгеновская фотолюминесцентная спектроскопия; вакуумно-ультрафиолетовая и экстенсивно-ультрафиолетовая литография; лазерная интерференционная микроскопия; фокусировка ионных пучков; измерения перемещений; измерения структуры (текстуры) поверхности;
- методики подтверждения правильности результатов измерений, в том числе разработка и контроль методик калибровки программного обеспечения в интересах нанометрологии;

- стандартизованные методики измерений, реализованные стандартные образцы, эталоны и прочие прецизионные средства измерений, внесенные в стандарты и им подобные нормативные документы;
- стандартизованные методики оценки достоверности результатов измерений физико-химических свойств нанообъектов.

В [5] приведены организации Европы, занимающиеся нанометрологией. По данным [4] к настоящему времени 670 фирм США подключились к проведению исследований, связанных с нанотехнологиями, а всего в мире об этом объявили около 1,5 тыс. компаний.

Согласно ННИ до 2020 года должны последовательно появиться четыре поколения продуктов с использованием нанотехнологий. **Первое поколение** (2000-2005) называется «пассивные наноструктуры», а попросту – нанопорошки, которые можно добавлять в разные материалы: полимеры, керамику, металлы, покрытия, лекарства, косметику, пищу и прочие товары народного потребления. Сегодня в США производится несколько сот видов товаров, в которых можно обнаружить присутствие таких нанопорошков, и можно считать, что первое поколение уже освоено промышленностью.

Второе поколение (2005 – 2010) – «активные наноструктуры» - предусматривает создание нанобиотехнологий, нейроэлектронных интерфейсов, наноэлектромеханических систем и т.п. Это поколение пока находится в лабораториях, на уровне создания прототипов.

Третье поколение (2010 – 2015) – «системы наносистем», то есть управляемая самосборка наносистем, трехмерные сети, нанороботы и т.п. – пока лишь на стадии исследований.

И, наконец, **четвертое поколение** (2015 – 2020) – «молекулярные наносистемы», то есть молекулярные устройства, атомный дизайн – существует только в виде концепции.

1.3. Положение России в сфере nanoиндустрии

По данным западного агентства LUX Rescarch мировыми лидерами в области нанотехнологий на сегодня безоговорочно стали США, Япония, Южная Корея и Германия. За ними устремилась группа «мечтателей». Это страны с высокими темпами развития в данной сфере – Великобритания, Франция и Китай. На «пятки им наступают» страны с ограниченными ресурсами, но с развитыми промышленными технологиями – Швеция, Швейцария, Нидерланды, Сингапур и Израиль.

К сожалению, Россия входит пока в «младшую лигу» и ее окружают Индия, Бразилия, Канада и Австралия. Остальные страны мира в «наноаспекте» и не рассматриваются, хотя известны определенные достижения в этой области например, в Украине, Беларуси, Венгрии. Россия уже включилась в «гонку за лидером» по формированию nanoиндустрии.

Надо отметить, что уже в начале XXI века в России в рамках Федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития науки и техники» на 2002 – 2006 годы появился раздел «Индустрия наносистем и материалы».

Приказом № 73 от 05.03.2001 года Госстандарт (ныне Ростехрегулирование) создает комитет ТК 441 «Нанотехнологии и наноматериалы», который вошел в Международную структуру ИСО/ТС 229 «Нанотехнологии».

В состав ТК 441 вошли: Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума (НИЦПВ), Институт радиотехники и электроники РАН, Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений, Физико-технологический институт РАН, Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Центр фотохимии РАН, Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН, Институт физики полупроводников СО РАН, Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет», фирма НТ-МДТ (г. Зеленоград), Центральный научно-исследовательский технологический институт «Техномаш», Московский институт стали и сплавов, Московский физико-технический институт. НИЦПВ стал также координатором проекта «Метрологическое обеспечение нанотехнологий» в рамках Международной организации КОOMET по европейско-азиатскому сотрудничеству в области метрологии (Россия, Беларусь, Украина, Словакия, Германия).

Российская ТК 441 «Нанотехнологии» взаимодействует не только с ИСО/ТК 229 «Нанотехнологии», но и Международным комитетом МЭК/ТК 113 «Стандартизация в области нанотехнологий электротехнической, электронной продукции и систем». ТК 441 включает четыре подкомитета: ПК 1 «Терминология»; ПК 2 «Измерение и характеристики»; ПК 3

«Обеспечение безопасности, здоровья и экологические аспекты нанотехнологий» и ПК 4 «Спецификации наноматериалов».

В дальнейшем в рамках президентской инициативы «Стратегия развития nanoиндустрии» (№ Пр-688 от 24 апреля 2007 года) разработана Федеральная целевая программа «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в Российской Федерации на 2008-2010 годы», принятая Правительством Российской Федерации 7 сентября 2007 года.

Метрологические аспекты nanoиндустрии отражены в отдельных документах: «Стратегия обеспечения единства измерений в России на 2008 – 2010 годы и до 2015 года», принятая Правительством Российской Федерации от 20 сентября 2007 года, и «Концепция обеспечения единства измерений, стандартизации, оценки соответствия и безопасности использования нанотехнологий, наноматериалов и продукции nanoиндустрии в Российской Федерации до 2015 года».

Согласно «Концепции» стратегической целью является создание эффективной Российской системы стандартизации, обеспечения единства измерений, безопасности и оценки соответствия конкурентоспособных нанотехнологий, наноматериалов и продукции nanoиндустрии, необходимых для создания высокотехнологичного российского сектора nanoиндустрии, способного паритетно конкурировать с ведущими странами мира на внутреннем и внешнем рынках нанопродукции в ключевых областях обеспечения обороноспособности, технологической безопасности и экономической независимости государства, повышения качества жизни населения.

Следует отметить, что подавляющее число документов рассчитаны до 2015 года включительно. Это объясняется тем, что с 2015 года страна должна перейти в область новых технико-технологических реалий и более совершенных социально-экономических взаимоотношений.

По Федеральной целевой программе «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в Российской Федерации на 2008 – 2010 годы» приоритетами в рамках перспективных направлений развития нанотехнологий и наноматериалов являются:

- наноэлектроника и nanoинженерия;
- функциональные наноматериалы для энергетики;
- функциональные наноматериалы для космической техники;
- нанобиотехнологии;
- конструкционные наноматериалы;
- композитные наноматериалы;

- информационная безопасность в наноиндустрии.

Естественно, все эти приоритеты предполагают и соответствующее метрологическое обеспечение на базе нанометрологии.

Надо отметить, что еще в 2002 году при Президиуме Российской Академии наук создается «Научный совет по наноматериалам». Однако финансирование фундаментальных исследований составляло мизерные объемы и не способствовало решению актуальных задач наноиндустрии.

По прогнозам аналитиков особое внимание привлекут к себе наноматериалы (нанотрубки, материалы для солнечной энергетики, топливные элементы нового типа), биологические наносистемы, наноустройства на основе наноматериалов, nanoизмерительная техника, nanoобработка. В наномедицине прогнозируется метод лечения не болезни, а индивидуально человека по его генетической информации, причем медикаментами с адресной нанодоставкой.

В особую область нанонауки выделена область, связанная с моделированием наносистем, поскольку успешное манипулирование с nanoобъектами возможно только после тщательного изучения их свойств и характеристик, полученных с помощью модельных экспериментов.

Переход к нанотехнологии поставил перед наукой и техникой ряд новых специфических задач, обусловленных малыми размерами элементов структур, с которыми имеет дело нанотехнология, а история развития науки и техники неразрывно связана с развитием системы, методов и средств измерений.

Фундаментальные исследования, связанные с прямыми измерениями физико-химических параметров веществ и материалов нанотехнологии, элементов и устройств нанотехники, требуют понимания закономерностей взаимодействия измерительного средства с объектом измерения. Поэтому особую важность приобретают вопросы метрологии и стандартизации таких измерений, их метрологического обеспечения, вопросы передачи размера единицы физической величины в нанометровый диапазон, характеризующийся своими специфическими особенностями.

Вся деятельность человека может быть охвачена единой шкалой размеров, в основе которой заложен Первичный эталон единицы длины – метр. Разные отрасли экономической деятельности человека занимают разные области на этой шкале (рис. 1.3).

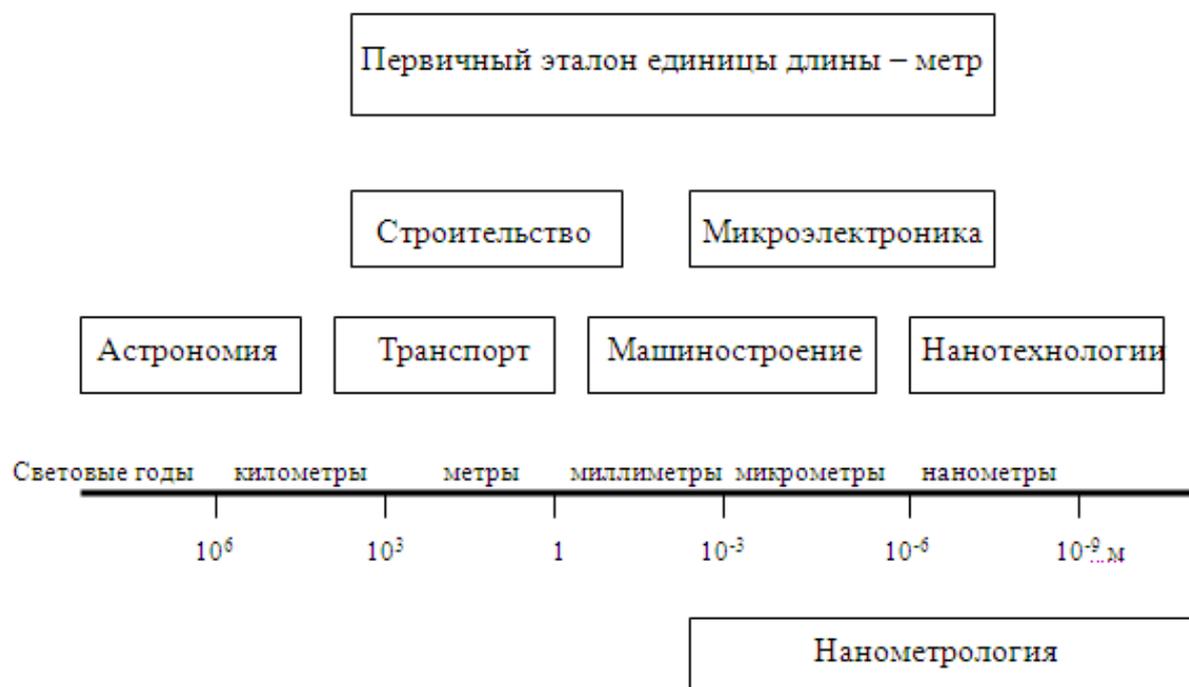


Рис. 1.3. Диапазоны размеров, используемые в различных отраслях экономики

Таблица 1.2

Планируемые в Международной Программе развития полупроводниковой промышленности минимальные размеры элементов микросхем по годам [8]

Технологические характеристики	Г о д ы						
	2001	2004	2007	2010	2013	2016	2018
Критический размер (КР), нм	130	90	65	45	32	22	18
Точность измерений КР, нм	1,3	0,9	0,6	0,4	0,3	0,2	0,18

В конце XX и начале XXI века на передний план развития выдвигаются высокие технологии, главными из которых являются микроэлектроника и нанотехнология. Микроэлектроника оперирует с элементами рельефа поверхности твердого тела, имеющими минимальные размеры (критические размеры) в сотни нанометров, и в ближайшие годы ожидается переход к десяткам нанометров, а нанотехнология оперирует с характерными размерами от сотен нанометров до десятых долей нанометра (расстояние между атомами в твердом теле). При этом необходимо учесть, что эволю-

ция технологии микроэлектроники в нанометровую область опережает прогнозы аналитиков (табл. 1.2).

Эти обстоятельства подчеркивают необходимость решения проблемы создания методов и средств линейных измерений в нанометровом диапазоне и обеспечении единства таких измерений.

В табл. 1.3 приведен перечень физических величин, подлежащих измерению в nanoиндустрии. Из таблицы очевидны метрологические требования, которые должны быть предъявлены к техническим средствам для достижения заданной точности измерения.

Таблица 1.3

Диапазоны измерений в nanoиндустрии

Физическая величина	Диапазон измерений	Физическая величина	Диапазон измерений
Длина, м	$10^{-11} \div 1$	Доля примесей, %	$10^{-8} \div 10^{-6}$
Масса, кг	$10^{-15} \div 10^2$	Сила тока, А	$10^{-16} \div 10^2$
Время, с	$10^{-16} \div 10^6$	Напряжение, В	$10^{-11} \div 10^5$
Температура, К	$1 \div 3200$	Мощность, Вт	$10^{-17} \div 10^{10}$
Давление, Па	$10^{-11} \div 10^3$	Индуктивность, Гн	$10^{-18} \div 10^2$
Расход, м ³ /с	$10^{-7} \div 10^{17}$	Емкость, Ф	$10^{-19} \div 1$
Плотность, кг/м ³	$10^{-1} \div 10^4$	Сопротивление, Ом	$10^{-7} \div 10^{17}$
Концентрация, см ³	$10^{10} \div 10^{22}$	Частота, Гц	$10^{-4} \div 10^{10}$

НИИ измерения последнее десятилетие уделяет этой проблеме серьезное внимание. Созданы специальное оборудование, методики и средства, решающие ряд проблем нанометрологии, в том числе:

- меры для воспроизведения параметров длин в нанометровом диапазоне;
- образцовые меры для воспроизведения параметров внутренних и поверхностных напряжений;
- меры ширины раскрытия и глубины трещин;
- устройство механическое для тонкой подачи с нанодискретностью 5 – 10 нм;
- приборы с электронным индикатором контакта.

Первичный эталон длины, вошедший в XXI век, базируется на трех великих открытиях XX века.

Во-первых, это открытие и бурное развитие лазеров – источников монохроматического излучения с высокой степенью пространственной и

временной когерентности. Оно внесло в метрологию линейных измерений возможность перехода от линии излучения криптона-86 к излучению лазера, обладающего более высокой стабильностью и добротностью.

Во-вторых, прямые измерения частоты оптического излучения высокостабилизированного гелий-неонового *He-Ne*-лазера позволили определить скорость света c , исходя из соотношения

$$c = \lambda \nu,$$

где частота ν определена, исходя из эталона частоты, а длина волны λ – исходя из определения эталона метра.

Третьим открытием является постоянство скорости света в любой инерциальной системе координат.

Вместо двух основных первичных эталонов (длины и времени) решено использовать новые основные эталоны: скорость света и частоту.

На IX Сессии Консультативного комитета по длине в сентябре 1997 года рекомендованные значения частоты и длины волны излучения *He-Ne/J₂*-лазера, стабилизированного по линии насыщенного поглощения в молекулярном йоде (J_2), составили

$$\nu = 4736122147,05 \text{ кГц},$$

$$\lambda = 632,99139822 \text{ нм}.$$

Так появился «световой метр», равный длине пути, проходимого светом за $1/299792458$ часть секунды. Здесь скорость света в вакууме объявлена важнейшей фундаментальной константой физики $c = 299792458 \text{ м/с}$.

Первичный эталон метра, реализующий этот физический принцип, обеспечивает воспроизведение единицы длины (метра) с относительным среднеквадратическим отклонением (неопределенностью) $2 \cdot 10^{-11}$. Таким образом, за промежуток времени немногим более 100 лет (активная жизнь трех поколений) точность эталона метра увеличилась более чем на четыре порядка (10000 раз).

Наноиндустрия, имеющая дело с объектами, размеры которых не превосходят размеров атома, уже сейчас требует решения проблемы единства линейных измерений в нанометровом диапазоне.

Наноизмерения осуществляют с помощью сложных приборов – электронных и атомно-силовых микроскопов, однако для их применения нужно провести калибровку, то есть создать специальные «нанолинейки». Создавать «нанолинейки» с использованием интерферометров начали в начале 90-х годов прошлого века. Современный интерферометр позволяет

измерять перемещение тел с точностью до долей диаметра атома, это достигается детектированием изменения картин интерференции трёх световых потоков от одного источника лазерного излучения. Пожалуй, наибольшего успеха в области создания «нанолинеек» добились исследователи Массачусетского технологического института, которые методом растровой интерференционной литографии на пластине с фоторезитом диаметром 300 мм нанесли периодические насечки, создав таким образом, своеобразную линейку с ошибкой измерения длины в 1,1 нм. Не отстает от мирового прогресса и Россия, где производят аналогичные «линейки» для измерения длин наноотрезков с ошибкой от 0,5 до 3 нм. Поддалась измерению и масса наночастиц: с развитием масс-спектрокопии оказалось возможным зарегистрировать массы отдельных нанокластеров и макромолекул.

В России создан определенный научно-технический задел в области метрологического обеспечения нанотехнологий: разрабатываются и поставляются на внутренний и внешний рынки ряд измерительных атомно-силовых микроскопов, устройств наноперемещений, планируются к выпуску так называемые нанофабрики (NanoFab), в которых для повышения достоверности регистрации параметров нанобъекта его исследование осуществляется непосредственно сразу после изготовления, причем транспорт объекта из технологической камеры в измерительную осуществляется с помощью специального робота в сверхвысоком вакууме. Это позволяет, например, в течение нескольких часов исследовать свойства поверхности, свободной от газового монослоя. Для калибровки измерительных атомно-силовых (АСМ) и растровых электронных микроскопов (РЭМ), являющихся одними из основных инструментов в нанотехнологиях, разработаны эталоны сравнения – линейные меры, позволяющие существенно повысить точность и достоверность измерения наноперемещений и геометрических параметров наноразмерных объектов. Разработаны соответствующие методики калибровки и поверки АСМ и РЭМ. Разрабатываются эталонные спектрометрические комплексы для контроля параметров процессов нанофотолитографии с использованием синхротронного излучения на накопительном кольце «Сибирь».

Вместе с тем следует отметить пока еще существенное отставание развития методической составляющей инфраструктуры отечественной nanoиндустрии как в области системы обеспечения единства измерений в нанометровом диапазоне, так и в темпах развития стандартизации, разработки нормативно-методического обеспечения, безопасности применения и

использования нанотехнологий и объектов наноиндустрии, а также создания систем их добровольной или обязательной сертификации.

В связи с этим была разработана «Концепция обеспечения единства измерений, стандартизации, оценки соответствия и безопасности использования нанотехнологий, наноматериалов и продукции наноиндустрии в Российской Федерации до 2015 года» (далее Концепция).

1.4. Концепция развития нанометрологии

Предлагаемая Ростехрегулированием Концепция предусматривает комплексный подход к решению проблемы метрологического обеспечения создаваемой нанотехнологической сети предприятий наноиндустрии. Для этого необходимо решить ряд взаимосвязанных научно-технических, структурно-организационных и методических задач по следующим основным направлениям:

- развитие национальной системы обеспечения единства измерений до уровня ведущих стран мира и соответствующему эффективному функционированию инфраструктуры наноиндустрии;
- развитие системы стандартизации, гармонизированной с требованиями международных стандартов и обеспечивающей все необходимые требования к нанотехнологиям, наноматериалам и продукции наноиндустрии;
- создание нормативно-методического и метрологического комплекса обеспечения безопасности и системы подтверждения соответствия нанотехнологий, наноматериалов и продукции наноиндустрии;
- создание сети центров метрологического обеспечения и оценки соответствия продукции технологии наноиндустрии, представляющей собой распределенную систему метрологических центров коллективного пользования, образованных на базе метрологических центров коллективного пользования, созданных на базе метрологических НИИ и организаций Ростехрегулирования, а также головной научной организации и головных организаций отраслей по основным направлениям наноиндустрии;
- создание соответствующей системы подготовки кадров.

Стратегическая цель Концепции предполагает формирование и развитие методической составляющей инфраструктуры наноиндустрии, обеспечивающей эффективный механизм стандартизации, единства, достовер-

ности и прослеживаемости измерений, а также оценки соответствия и безопасности конкурентоспособных нанотехнологий и продукции наноиндустрии, необходимых для создания высокотехнологичного российского сектора экономики, способного паритетно конкурировать с ведущими странами мира на внутреннем и внешнем рынках.

Основные научно-технические, структурно-организационные, методические, образовательные и информационные задачи достижения стратегической цели – это:

- модернизация Российской системы измерений до уровня ведущих стран мира, необходимого для эффективного функционирования инфраструктуры наноиндустрии;
- модернизация Российской системы стандартизации, гармонизированной с требованиями международных стандартов и обеспечивающей полный охват необходимых требований к нанотехнологиям, наноматериалам и продукции наноиндустрии;
- создание нормативно-методического и метрологического комплекса обеспечения безопасности и системы подтверждения соответствия нанотехнологий, наноматериалов и продукции наноиндустрии;
- создание распределенной сети центров метрологического обеспечения продукции и технологий наноиндустрии, работающих в режиме центров коллективного пользования, образованных на базе метрологических НИИ и ЦСМ Ростехрегулирования, расположенных в Москве, Санкт-Петербурге, Екатеринбурге, Новосибирске, Хабаровске, а в случае необходимости и в других местах функционирования крупных объектов наноиндустрии, и оказывающих услуги по метрологическому, нормативно-методическому и сертификационному обеспечению нанотехнологий и нанопродукции;
- создание системы аккредитации по основным направлениям наноиндустрии (наноэлектроника, наноинженерия, функциональные наноматериалы, нанобиотехнологии и др.) специализированных измерительных и испытательных лабораторий и обеспечение ее функционирования;
- создание систем добровольной и обязательной сертификации нанопродукции и нанотехнологий и обеспечение их функционирования;
- создание системы информационного обеспечения нанотехнологий, наноматериалов и продукции наноиндустрии в области метрологии, стандартизации, безопасности и оценки соответствия;

- создание системы подготовки кадров и повышения их квалификации в области метрологического обеспечения и стандартизации нанотехнологий.

Развитие национальной системы обеспечения единства измерений в соответствии с Концепцией приведено на рис. 1.4.

На рис. 1.4 символы 1-D, 2-D и 3-D означают размерность наноматериала (размерность наноструктур):

D-1 – одномерные (нити, проволоки толщиной менее 100 нм);

D-2 – двумерные (тонкие пленки, покрытия и т.п.), где электроны не претерпевают тепловых соударений;

D-3 – трехмерные (имеющие длину, ширину, высоту).

Существует еще D-0 – нульмерные – (квантовые точки) и фрактальные размерности $1 < D < 2$ (или $3 > D > 2$). Это поверхности твердых тел с нецелой размерностью наноматериала.

Размерность нанобъекта – число степеней свободы электронного газа в нанобъемах. Это координатная размерность – линия, плоскость, объем.

Концепция определяет и задачи совершенствования системы обеспечения единства измерений:

- разработать достаточное количество методов и средств измерений параметров нанобъектов, точность и номенклатура которых достаточна для обеспечения развития нанотехнологий и выпуска конкурентоспособной нанопродукции;
- осуществить модернизацию существующих эталонов путем значительного повышения точности характеристик воспроизведения и передачи единиц величин, используемых в области нанотехнологий;
- создать новые эталоны и прецизионные измерительно-технологические комплексы, необходимые для обеспечения единства измерений в области нанотехнологий;
- разработать методы создания и аттестации стандартных образцов веществ и наноматериалов, а также эталонных мер и тест-объектов для калибровки средств измерений;
- разработать механизмы аттестации методов выполнения измерений, поверки, калибровки и испытаний в области нанотехнологий;
- разработать комплекс нормативно-технических документов по обеспечению единства измерений и осуществить их гармонизацию с международными требованиями;

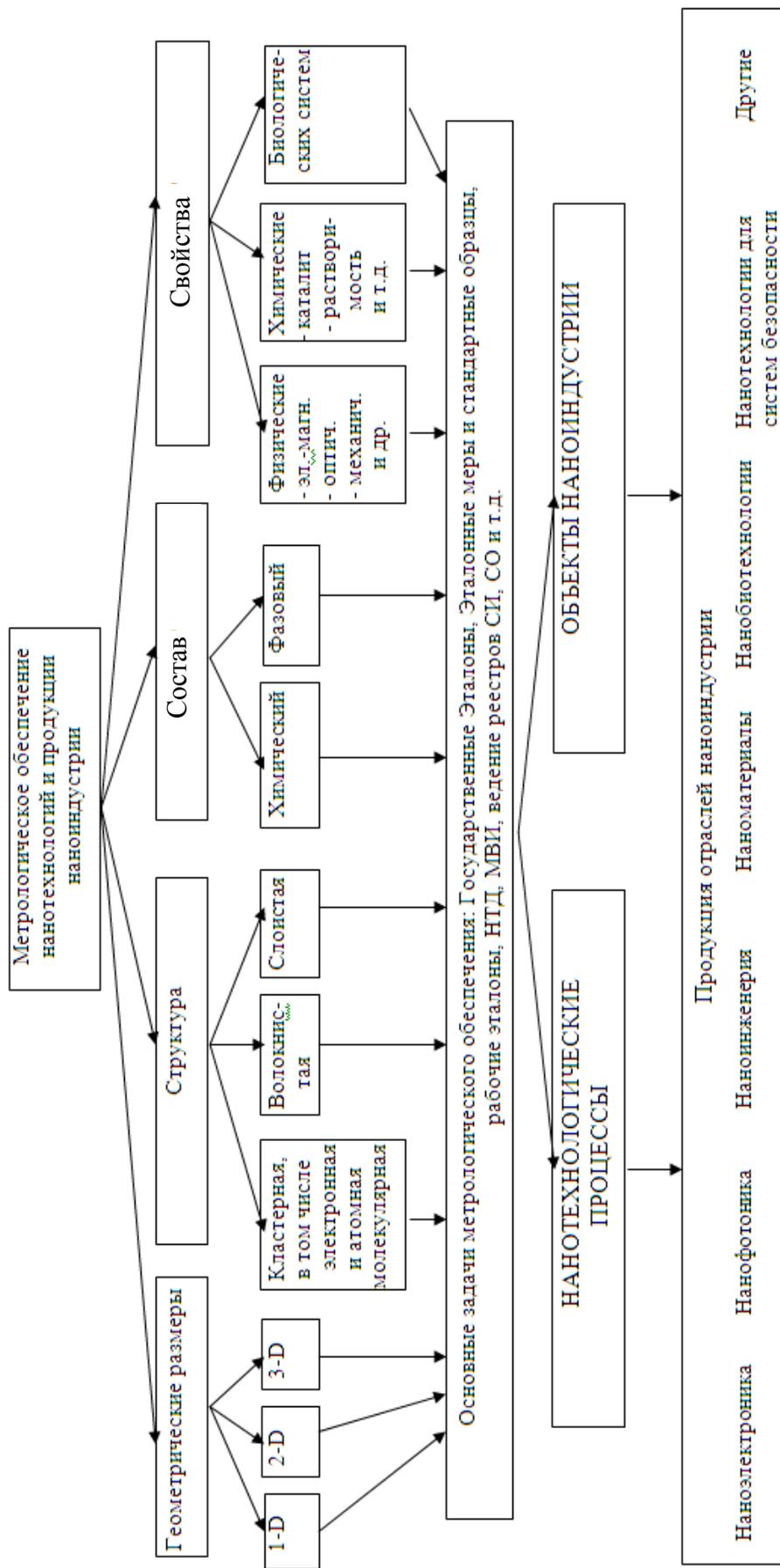


Рис. 1.4. Развитие национальной системы обеспечения единства измерений

- признать измерительные и калибровочные возможности;
- обеспечить участие в международных сличениях эталонов России для нанотехнологий и nanoиндустрии, а также обеспечить международное признание измерительных и калибровочных возможностей;
- обеспечить аккредитацию метрологических служб организаций и предприятий nanoиндустрии на компетентность выполнения метрологических работ в области нанотехнологий;
- оснастить измерительные и аналитические лаборатории, функционирующие в области нанотехнологий современным высокоточным измерительным оборудованием, в том числе на основе спектроскопии с электронными и ионными источниками, радио- и рентгеновской спектроскопии, гибридных методов атомной эмиссии, жидкостной и газовой хроматографии в сочетании с методами масс-спектрометрии, ИК и УФ-спектрометрии;
- создать механизм метрологического обеспечения процессов оценки соответствия и обеспечения безопасности использования нанотехнологий и продукции nanoиндустрии.

Для реализации Концепции, естественно, используются и ранее созданные структуры. Так в 2001 году в России организован концерн «Наноиндустрия», в комплекс задач которого входят и вопросы нанометрологии. Очерчен и круг направлений его деятельности:

- разработка рабочего эталона (установки высшей точности) на базе приборов нанометрового диапазона с интерференционными и другими датчиками перемещений;
- разработка комплекса параметрических мер для калибровки приборов нанометрового диапазона, а также для передачи размера единицы длины в нанометровом диапазоне от первичного эталона к рабочему;
- разработка Государственной поверочной схемы для передачи размеров единицы длины от государственного исходного эталона к рабочим средствам измерений;
- разработка алгоритмов и программного обеспечения для выполнения измерений и анализа погрешностей результатов измерений;
- разработка нормативно-технической документации, включая методику испытаний и поверки средств измерений на приборах нанометрового диапазона геометрических параметров двух- и трехмерных наноструктур;

- законодательное оформление разработанного рабочего эталона в качестве Государственного рабочего эталона в области измерений нанометрового диапазона;
- организация работ по международному сличению мер линейных размеров;
- создание Центра нанометрологии и нанодиагностики.

Линейные измерения в этой области длин производятся с помощью новых, созданных во второй половине XX века приборов, – зондовых микроскопов (оптических ближнего поля, растровых электронных, сканирующих туннельных и атомно-силовых), обладающих высоким разрешением. Для того чтобы превратить эти приборы в средства измерений, необходимо осуществлять их калибровку с абсолютной привязкой к Первичному эталону длины – метру. Традиционная схема такой привязки со многими ступенями (разрядами промежуточных эталонов) для этого не годится – слишком большая потеря точности на промежуточных уровнях. Необходима новая схема, в которой устраняются некоторые промежуточные уровни. Лучше всего оставить один уровень – одну меру малой длины, которая обладала бы свойствами, связывающими ее с первичным эталоном и с рабочими средствами измерений.

Таким образом, концептуально нанометрология базируется на метрологическом комплексе, в основе которого растровая электронная и сканирующая зондовая микроскопия, лазерная интерферометрия и рентгеновская дифрактометрия, обеспечивающие воспроизведение и передачу единицы измерения от эталона до рабочего нанометрового диапазона.

Переход к измерениям длин в диапазоне 1 – 1000 нм потребовал принципиально новых решений с кардинальным пересмотром традиционных подходов. Для этого необходимо выполнить фундаментальные исследования механизмов формирования изображения объекта на рабочем средстве измерений; максимально сократить многоступенчатость структурной схемы передачи размера единицы длины от первичного эталона к рабочим средствам измерений; разработать новые алгоритмы измерений и соответствующее им математическое обеспечение, которые позволили бы учитывать взаимодействия зонда рабочих средств измерений с измеряемым объектом; создать новую меру малой длины, выполненную в виде рельефной шаговой структуры с заданной формой профиля ее элемента, обладающую свойствами, аналогичными свойствам вторичного эталона длины и изме-

ряемого объекта. Именно такие трехмерные меры малой длины – материальные носители размера – необходимы не только для самой калибровки перечисленных зондовых микроскопов, но и для подтверждения достоверности результатов измерения линейных размеров элементов реальных объектов, изображения которых регистрируются в микроскопах.

Частично данные работы впервые выполнены в России коллективом авторов [9] в Институте общей физики Российской Академии наук (ИОФ РАН) им. А.М. Прохорова. При этом созданы:

- методология обеспечения единства измерений в диапазоне длин от 1 нм до 1 мкм, основанная на принципах зондовой микроскопии и лазерной интерферометрии-фазометрии;
- эталонный комплекс средств измерений, обеспечивающий воспроизведение и передачу размера единицы длины в диапазоне 1 нм – 1 мкм вещественным мерам длины с погрешностью 0,5 мкм;
- новое поколение мер малой длины для калибровки средств измерений в диапазоне 1 нм – 1 мкм, в том числе меры нанорельефа поверхности;
- методология и алгоритмы измерения параметров профиля элементов сверхбольших интегральных микросхем (СБИС) и пакет компьютерных программ для автоматизации таких измерений.

Полученные результаты прошли международные сличения и были успешно применены в условиях производства СБИС и на предприятиях, производящих приборы и аппаратуру для нанотехнологии. Испытания показали, что выполняемые измерения уже сейчас соответствуют метрологическим требованиям, изложенным в Международной программе развития полупроводниковой промышленности вплоть до 2018 года.

Метрология является количественным базисом стандартизации и сертификации. Стандартизация параметров и свойств материалов, объектов, элементов и структур нанотехнологий, подлежащих измерениям, – весьма непростая и трудоемкая задача, особенно при межотраслевом и междисциплинарном характере нанотехнологий, различной терминологии и различных исследовательских и измерительных приемах и методах. К этой же проблеме примыкает необходимость стандартизации терминов и определений в нанотехнологиях для обеспечения общения и взаимопонимания различных групп исследователей не только внутри одной страны, но и в рамках междисциплинарного и международного обмена информацией. Закономерное следствие этого – необходимость аттестованных и стандар-

тизованных методик выполнения измерений, а также методик калибровки и поверки средств измерений, применяемых в нанотехнологиях.

Особый аспект стандартизации – решение задач обеспечения здоровья и безопасности операторов технологических процессов и лиц, взаимодействующих с продукцией нанотехнологий на всех этапах ее производства, испытаний, исследований и применений, а также экологической безопасности окружающей среды.

Сертификация – это подтверждение соответствия параметров и свойств объектов, материалов и структур, технологических процессов, а также инструментальной и измерительной базы требованиям технических регламентов, стандартов и иных нормативных документов.

Глава 2. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ НАНОМЕТРОЛОГИИ

2.1. Методы и средства интерференционных измерений

В сферу измерений в nanoиндустрии входят методы и средства для оценки параметров nanoобъектов, а также характеристик самого измерительного оборудования, используемого в нанотехнологиях. Особое внимание уделяется созданию и поддержанию в рабочем состоянии эталонной базы и поверочно-калибровочному парку используемых средств измерений.



Рис. 2.1. Базовые направления науки и техники для формирования нанометрологии

В целом методы и средства нанометрологии обусловлены ее связью с различными направлениями науки и техники (рис. 2.1).

Приборы для особо точных измерений, как правило, предполагают интерференционные методы измерений, которые базируются на волновой природе света. Свет является одним из видов электромагнитных колебаний. Каждый световой поток в течение определенного промежутка времени, достаточного для наблюдения, состоит из большого числа m волн. В отличие от радиоволн световые волны имеют большую частоту, а, следовательно, при одной и той же скорости распространения электромагнитных колебаний и световых волн имеют меньшую длину λ волны (см. ниже рис. 2.2, а).

Длина волны зависит от источника, излучающего свет. Человеческий глаз воспринимает небольшую часть длин волн. Совокупность этих волн образует видимый спектр. Совместное действие всех длин волн видимого

спектра вызывает ощущение белого света. Цвета, составляющие белый свет, можно получить на спектре путем разложения белого света, т.е. пропусканием его через оптическую призму.

Существуют источники, излучающие свет с волнами всех длин (не-

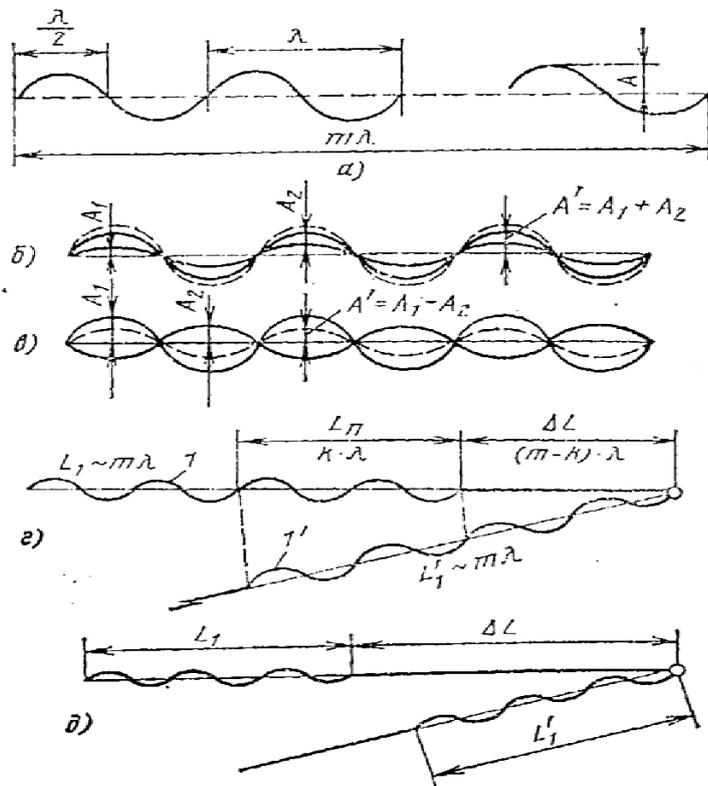


Рис. 2.2. Интерференция света: L_1 – серия волн 1; L_1' – серия волн 1'; L_n – длина перекрытия; ΔL – разность хода серий волн 1 и 1'

прерывный спектр), и источники, излучающие определенные длины волн, т.е. воспроизводящие только отдельные линии спектра (линейчатый спектр). Под действием света, радиоактивного, рентгеновского и лазерного излучений, электрического поля и многих других видов воздействий атомы (молекулы, ионы) входят в возбужденное состояние с повышенной энергией. При снятии этого возбуждения некоторые вещества (газы, жидкости и твердые тела) начинают светиться. Это явление свечения называют **люминесценцией**. В зависимости от

длительности свечения различают кратковременную – **флуоресценцию** и длительную люминесценцию – **фосфоресценцию**.

В специальном случае, известном как **резонансная флуоресценция**, и поглощаемое, и испускаемое излучения обладают одинаковой энергией, длиной волны и частотой.

При **резонансном электромагнитном излучении**, испускаемом системой связанных зарядов (например атомов), его частота совпадает с частотой возбуждающего света.

Немецкий физик Рудольф Мёссбауэр в 1958 году добился резонансной флуоресценции гамма-лучей (гамма-излучение – это коротковолновое электромагнитное излучение с длиной волны менее 10^{-10} м, возникающее при распаде радиоактивных ядер и элементарных частиц материи). Эффект

Мёссбауэра назван ядерным гамма-резонансом (ЯГР) и состоит в том, что испускание и поглощение гамма-квантов атомными ядрами в твердом теле не сопровождается изменением колебательной энергии тела. ЯГР позволяет генерировать гамма-лучи, длина волны которых постоянна с точностью до одной стотриллионной (10^{14}) доли. ЯГР – исключительно точный инструмент при измерениях гравитационного, электрического и магнитного полей малых частиц, что и является предметом нанометрологии.

Одним из фундаментов нанометрологии стала **фотоника** – прикладная наука о генерировании и использовании (передаче, усилении и детектировании) световой и других форм энергии излучения фотона. Фотон – элементарная частица, квант электромагнитного поля. Масса фотона равна нулю, а его скорость равна скорости света. Энергия W каждого фотона (кванта)

$$W = h \cdot \nu ,$$

где $h = 6,626176 \cdot 10^{-34}$ Дж·с - постоянная Планка;

ν – частота электромагнитного излучения, Гц.

Если обозначить через $C = 2,99792 \cdot 10^8$ м/с - скорость света в вакууме, а период волнового процесса через $T(c)$, то длина волны

$$\lambda = cT = c / \nu .$$

Оптическое излучение как объект измерения характеризуется рядом параметров или их совокупностью. Сюда входят: интенсивность и мощность излучения, состав спектра излучения, временные и пространственные свойства излучения.

Интенсивность излучения определяется **поток излучения**, как количеством энергии, переносимой электромагнитными волнами в единицу времени. Если поток излучения относится к энергетическим характеристикам, то его обозначают Φ_e в ваттах, а если к световым, то – Φ_v в люменах.

Термин **мощность излучения**, как правило, относится к энергетическим параметрам, определяющим выходное лазерное излучение. Измеряется в ваттах.

По характеру потока излучатели можно разделить на источники монохроматического и сложного излучения.

Монохроматическим светом называют световые колебания одной частоты и одной длины волны. Монохроматический свет достигается выделением спектральной линии или узкого участка спектра при помощи специальных приборов (монохроматоров, светофильтров и др.). Свет вы-

сокой монохроматичности излучают атомы, лазеры, светоизлучающие диоды.

Сложное излучение – это совокупность монохроматических излучений разных частот (лампы, нагретые тела, разнообразные световые приборы).

Мощность излучения характеризует его интенсивность и находится в широких пределах для различных источников. Например, диапазон мощностей непрерывного лазерного излучения – от пико- до мегаватт.

Другая группа параметров характеризует распределение потока (мощности) излучения по уровню длин волн или оптических частот. Речь идет о **спектральном анализе** светового потока – выделении соответствующих спектральных линий, отвечающих определенному квантовому переходу (спектральные линии поглощения и испускания квантов).

Длины волн белого света (видимого излучения) незначительны и находятся в пределах 0,38-0,78 мкм (380 – 780 нм). Границы белого света соседствуют с **ультрафиолетовым** (длины волн от 100 до 400 нм) и **инфракрасным** (длина волн от 0,78 мкм до 1 мм) излучениями.

Третья группа параметров связана с распределением потока (мощности P , излучения во времени t). Аналитическая или графическая зависимость $P=f(t)$ описывает форму импульса измерения, где можно выделить мгновенные (текущие) или максимальные (пиковые) мощности. Площадь под кривой $P(t)$ есть энергия $Q_e = \int P(t)dt$, переносимая излучением (в Джоулях). Световая же энергия светового потока Φ_v определяется как

$$Q_v = \int \Phi_v dt, \text{ лм} \cdot \text{с}.$$

Для более глубоких исследований рассматривают распределение потока (мощности) излучения в двух- или трёхкоординатном пространстве. По этим данным можно судить о качестве пучка излучения.

Для волн любой природы и частоты при их одновременном излучении характерно явление **интерференции** – наложение волн друг на друга и взаимное их усиление или ослабление.

На рис. 2.2,б показано усиление света A' при сложении световых волн с амплитудами A_1 и A_2 , а на рис. 2.2,в – ослабление света.

Для получения интерференции необходимы источники света, имеющие постоянную во времени разность фаз. Для этого может использоваться и один источник (интерферометр), который пучок света от одного источника разделяет на два, которые после объединения интерферируют, при

этом картина интерференции (усиление или ослабление света) зависит от разности пути, пройденного каждым из лучей после их разделения. Кроме того, разность хода обоих пучков с момента их разделения и до объединения не должна превышать длины серии волн данного света (рис. 2.2,г). Удаленные части пучков не интерферируют (рис. 2.2,д). Вероятность интерференции уменьшается при увеличении разности хода пучков.

Другим фундаментальным понятием фотоники является **дифракция** – отклонение от закона прямолинейного распространения волн любой природы. Это свойство волн огибать препятствия.

Как показано выше, для получения интерференции необходимы источники света с постоянной по времени разностью фаз. У независимых источников света это условие не выполняется. Для получения интерференции необходимо, чтобы свет был **когерентным**, т.е. световые пучки, подлежащие интерференции, выходили из одной и той же точки источника света и в том же направлении. У когерентных колебаний разность фаз либо постоянна по времени, либо изменяется по строго определенному закону. То есть две волны можно считать когерентными, если их фазовые соотношения в двух точках остаются постоянными. Излучаемые волны могут обладать разной степенью когерентности. Степень когерентности излучения может оказывать существенное влияние на результаты измерений. Появление таких источников высококогерентного излучения, как лазеры, чрезвычайно расширило область применения оптических методов измерения.

Оптические квантовые генераторы (лазеры) представляют собой приборы, преобразующие электрическую, световую, тепловую или химическую энергии в монохроматическое когерентное непрерывное или импульсное излучение электромагнитных волн видимого, ультрафиолетового или инфракрасного диапазона. В них применяются излучатели в виде твердых тел (кристаллов, например рубина, или стекла с добавками ионов хрома, эрбия и др.), жидкостей, газов (гелий-неоновой смеси, аргона и др.) и полупроводников. Излучатель генерирует свет под действием света импульсных ламп (твердый и жидкий), газового разряда (газовый) или электрического тока (полупроводниковый). Его помещают в резонатор (систему из двух диэлектрических зеркал) для накопления энергии возбуждения (путем многократного отражения), формирования узконаправленного излучения и управления энергетическими параметрами генерации.

В интерферометрии используют в основном хорошо отработанные гелий-неоновые лазеры, обеспечивающие высокую монохроматичность,

малую расходимость лучей и большую интенсивность излучения. Это позволяет осуществлять интерференционные измерения длин с разрешающей способностью до тысячных долей ангстрема ($1\text{Å} = 10^{-4}$ мкм – примерный размер атома).

Лазеры создают излучение наиболее высокой интенсивности по сравнению со всеми известными в настоящее время источниками света. Интенсивность лазера превышает наибольшую интенсивность неотфильтрованных некогерентных источников света примерно в 10^5 раз. Поэтому визирование можно выполнять путем непосредственной посылки пучка света в заданном направлении, а интерферометрические измерения прово-

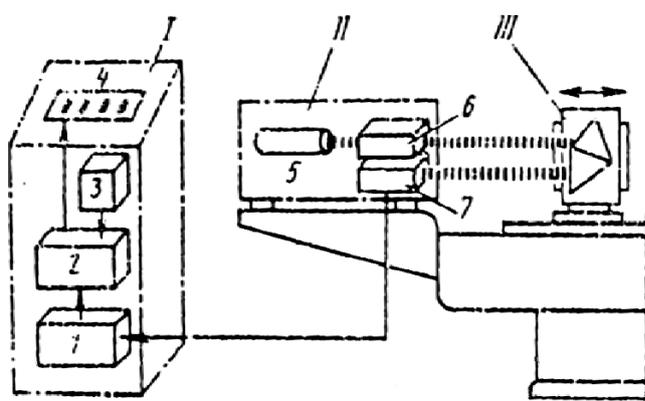


Рис. 2.3. Абсолютный лазерный калибратор:

I – электронный блок; II – чувствительная головка; III – рефлектор;

1 – счетчик прямого и обратного хода;

2 – счетно-решающее устройство;

3 – преобразователь атмосферного давления; 4 –

цифровое показывающее устройство; 5 – лазер;

6 – оптическое устройство; 7 – фотодетектор

тор

позволяет подсчитать число полос интерференции для значительно больших оптических путей. К тому же в настоящее время имеются быстродействующие цифровые счетно-решающие устройства для отсчета числа интерференционных полос.

На рис. 2.3 показана схема абсолютного лазерного интерферометрического калибратора фирмы «Culter Hammer» (США). Прибор предназначен для измерения длин, бесконтактной настройки и проверки точности инструментов и юстировки измерительных машин. Калибратор имеет универсальную блочную конструкцию. При перемещении отражателя III, установленного на подвижной части станка, плывущая интерференционная

дальше в нормально освещенном помещении и даже на открытом воздухе. Дистанции, на которых можно выполнять оптические измерения, возрастают при этом во много раз.

Основным и наиболее распространенным методом измерения с помощью лазеров является измерение длины с использованием обычной оптической интерференции для коротких дистанций и техники модулированного света для длинных. Высокая временная когерентность газового лазера

картина создает серию импульсов в фотодетекторе 7. Цифровое счетно-решающее устройство преобразует число полос в единицы длины и вносит поправку на атмосферное давление. Результат выдается светящимися цифрами.

Весьма перспективным является использование лазеров в многокоординатных устройствах. Лазерные интерферометры со сканированием интерференционных полос и цифровая техника позволяют упростить и сделать доступным контроль различных оптических изделий.

Особое развитие получает в настоящее время голографическая интерферометрия. Голография в переводе означает «полная запись» (от греческого слова *holos* – весь, полный). Голографический метод позволяет записать на фотоэмульсии своеобразную картину волнового поля, которую называют голограммой. Такая запись стала практически возможной с использованием лазера и заключается в следующем.

Когерентный пучок света от лазера 1 (рис. 2.4,а) проходит систему линз, расширяющих его до размера, необходимого для перекрытия снимаемого объекта. Чтобы получить голограмму, лазерный пучок необходимо разделить на две части и использовать одну часть для освещения предмета, а другую для формирования опорной волны. Для этого пучок проходит через полупрозрачную пластину 2. После прохождения через пластину 2 часть света, отражаясь от зеркала 3, падает в качестве опорного луча на эмульсионное покрытие фотопластинки 5. Другая часть света, отражаясь от зеркала 6, падает на объемный предмет 4. В слое эмульсии фиксируется результат интерференции двух пучков – опорного и сигнального.

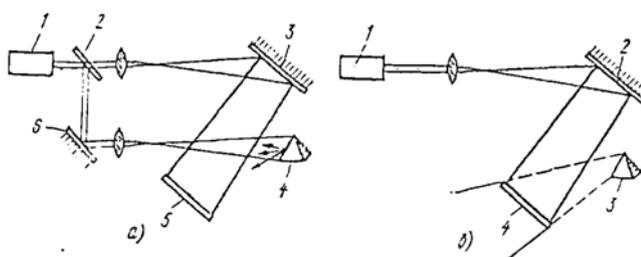


Рис. 2.4. Схема голографической измерительной системы:

а – записи; б – восстановления

После соответствующей фотохимической обработки на пластинке появляется сеть темных и светлых участков, которая пока еще не дает представления об отснятом объекте. Объемное изображение появляется только при освещении такой пластинки (голограммы) под определенным углом. На рис. 2.4,б показана стадия восстановления объемной голограммы. Пучок света, излучаемый лазером 1, отражается от зеркала 2 и освещает голограмму 4. Рассматривая голограмму 4, можно видеть объемное изо-

бражение 3. Глаз воспринимает предмет точно таким, каков он есть в действительности.

Голографическая интерферометрия значительно расширяет область интерферометрических измерений и является одним из очень перспективных направлений развития техники линейных измерений.

При проведении наноизмерений так же как и в традиционных механических, электромагнитных, оптических и оптико-электрических измерениях используется широкая гамма различных преобразователей: оптических (ОП), оптических измерительных (ОИП) и оптико-электрических (ОЭИП).

Преобразователи группы ОП включают всевозможные плоскопараллельные пластинки линзы, отражательные призмы, зеркала, диафрагмы, дефлекторы, модуляторы. Они предназначены для изменения направления лучистого потока, ограничения поперечных размеров пучка излучения, формирования самого пучка. ОП не носят измерительных функций.

Преобразователи же групп ОИП и ОЭИП, как правило, определяют и принцип измерения. Поэтому они имеют многие метрологические параметры: чувствительность, характеристики преобразования, постоянную времени, спектральные характеристики, тепловые характеристики и др. Система обеспечения единства измерений предусматривает для них соответствующие эталонные измерительные преобразователи энергетических и световых величин. Такие эталоны сосредоточены в основном в ВНИИФТРИ и ВНИИОФИ.

В наноиндустрии встречаются много объектов, для которых определяемые оптические характеристики относятся лишь к промежуточным информативным параметрам, функционально связанным с другим параметром интересующего пользователя исследуемого вещества или материала. Например, это определение толщины покрытия, уровня, концентрации, структуры и химического состава вещества. На спектральном отражении излучения базируется калориметрия (цветовые измерения), голографическая интерферометрия, спектрофотометрия, поляриметрия, хроматография и многое другое. Естественно, в одном пособии все это разнообразие методов и средств отразить невозможно. Поэтому ниже сосредоточимся в основном на линейных наноизмерениях как на базе нанометрологии. В редких случаях для подкрепления тех или иных положений будем использовать примеры из других областей.

Исследование физических явлений в нанодиапазоне приводит к появлению новых эффектов, иногда противоречащих законам «классической

физики». Так в 1948 году голландский физик Генрих Казимир предсказал, что на расстояниях порядка нанометра между телами (плоскостями) должна наблюдаться сила притяжения. По этой теории отдельные детали изделий в нанометровом диапазоне будут «сминаться». Однако, спустя восемь лет после открытия данного явления Евгений Лифшиц выяснил, что эффект Казимира на самом деле является всего лишь проявлением ван-дер-ваальсовых, или межмолекулярных, сил, и, более того, если зазор между поверхностями заполнить специально подобранным веществом, то притяжение между поверхностями может смениться отталкиванием. Такое обобщение эффекта Казимира получило название «эффект Казимира-Лифшица».

Во времена предсказания «эффект Казимира» не мог быть экспериментально проверен из-за отсутствия соответствующей аппаратуры. В 90-е же годы XX столетия этот эффект неоднократно подтверждался экспериментально и наметились пути практического использования эффекта. В нанотехнологиях это, например, разработка микроэлектромеханических систем (МЭМС). Это так называемые «умные» приборы микрометрового размера, вырезанные на кремниевой подложке, и используемые для самосборки нанороботов.

2.2. Использование принципов микроскопии в наноизмерениях

2.2.1. Оптическая микроскопия

Для детального исследования микро- и наноструктур различной природы существует много разнообразных методов. **Микроскопия** как средство получения увеличенного изображения зародилась еще в XV веке, когда впервые были изготовлены простые увеличительные стекла для изучения насекомых. В конце XVII века Антонио Ван Левенгук изготовил оптический микроскоп, который позволял установить существование отдельных клеток, болезнетворных микробов и бактерий. Уже в XX веке были разработаны методы микроскопии с помощью электронных и ионных пучков. Таким образом, микроскопия – это совокупность методов наблюдения изображений мелких структур или деталей, невидимых невооруженным глазом, путем увеличения изображения объекта с помощью того или иного

инструмента. В зависимости от вида этого инструмента различают методы: оптической, электронной, сканирующей зондовой и ионной микроскопии.

Оптическая и электронная микроскопия основаны на явлении дифракции, отражении или преломлении излучения, падающего на изучаемый объект, и последующий сбор рассеянного излучения с целью получения изображения.

Сканирующая зондовая микроскопия базируется на взаимодействии сканирующего зонда с поверхностью, а **ионная** – предполагает увеличение изображения за счет излучения ионных пучков.

Все эти виды используются в нанотехнологиях и составляют техническую (измерительную) основу нанометрологии.

Оптический микроскоп – первый инструмент, позволивший человеку видеть объекты малых размеров (микроскоп был сконструирован Галилеем в 1610 г.). Диапазон размеров объектов, наблюдаемых в современный оптический микроскоп, использующий свойства линз и зеркал, не может быть менее 100 нм, что ограничивает физика света. Поэтому современные оптические микроскопы позволяют увеличение объекта не более чем в 2000 раз.

Обладая малой глубиной фокуса, обычный оптический микроскоп создает «оптический срез» изображения объекта, на котором четко изображаются лишь детали объекта, попавшие в фокус. Расфокусированные же части объекта изображаются размытыми.

Изначально микроскопы давали лишь двухмерное изображение наблюдаемого объекта. Для наблюдения трехмерных объектов был создан стереомикроскоп, который использует различные оптические пути для левого и правого окуляра. Однако такой микроскоп не решает вопрос об измерении высоты и других параметров рельефа поверхности наблюдаемого объекта, а лишь обеспечивает объемное восприятие объекта человеком.

В последние десятилетия в связи с развитием вычислительной техники появились и быстро развиваются методы измерения трехмерного рельефа поверхности с помощью оптических микроскопов. Такие методы разделяются на пассивные и активные. Активные методы используют конструктивные усовершенствования микроскопа, дополнительное освещение через фильтр или лазер. Пассивные же концентрируются на методах анализа изображений. Самыми эффективными являются сочетания пассивных

и активных методов, к которым можно отнести метод определения высоты рельефа поверхности по фокусу, разработанный в МГУ А.А. Захарченко.

Техника стереоанализа изображений базируется на использовании стереомикроскопа, в котором с помощью двух или более видеокамер получают изображения одного и того же объекта, снятого с различных углов зрения. Далее, с помощью математического аппарата стерео триангуляции вычисляется рельеф поверхности.

Методы стерео триангуляции основаны на поиске и идентификации одинаковых точек микрорельефа на различных изображениях. Естественно, метод триангуляции применим, если объект имеет достаточно четкую текстуру, т.е. отличительные особенности тех или иных точек. К тому же зачастую возникают ситуации, когда область объекта видна лишь на одной из камер, что делает невозможным определение высоты поверхности в этой зоне.

Методы определения высоты по фокусу базируются на принципе, что объект изображается наиболее «четко», когда он находится в фокусе. Методы определения высоты по фокусу определяют высоту рельефа поверхности по нескольким изображениям, полученным при различных положениях фокуса микроскопа. Общепринятое название таких методов в мировой литературе – Depth from focus methods (DFF).

Методы стереомикроскопии в целом гораздо менее точные, нежели методы измерения высоты по фокусу и используются для визуального наблюдения объемного объекта. Методы же измерения высоты по фокусу, требующие сложных и громоздких расчетов, получили свое развитие лишь в конце 90-х годов прошлого века и в настоящее время бурно развиваются с развитием вычислительной техники. По нескольким изображениям, захваченным при различном положении фокуса микроскопа, для каждой области объекта строится кривая измерения фокуса, выражающая степень «сфокусированности» этой области объекта. Максимум кривой измерения фокуса соответствует положению, при котором область находится в фокусе. Поэтому, найдя для каждой области положение максимума функции измерения фокуса, можно реконструировать и измерить рельеф поверхности объекта. Однако на практике кривая измерения фокуса зашумлена и искажена, поэтому максимум кривой может не соответствовать положению фокуса. Кроме того, существуют области на изображении, высоту которых определить нельзя из-за отсутствия текстуры.

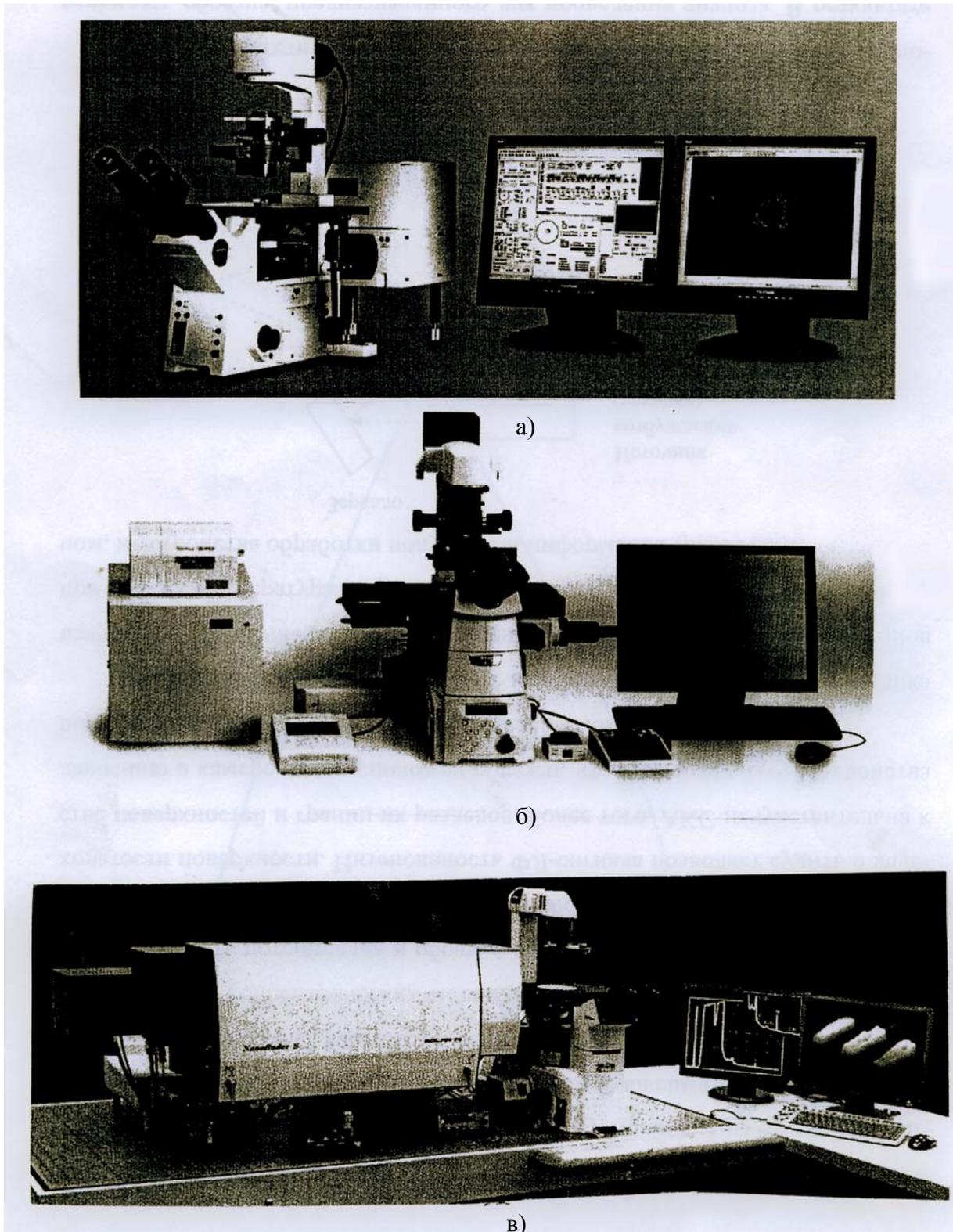


Рис. 2.5. Виды конфокальных микроскопов:
а – Olympus FV1000; б – Nikon Ti-E C1sic; в – Нанофайндер-С

В этом случае целесообразна **конфокальная** микроскопия, самый распространенный на сегодняшний день метод реконструкции трехмерного рельефа поверхности объектов размером выше 100 нм. Различные конструкции конфокальных микроскопов приведены на рис. 2.5.

Конфокальный микроскоп отличается от «классического» оптического микроскопа тем, что в каждый момент времени регистрируется изображение одной точки объекта, а полноценное изображение строится путем сканирования (движения образца или перестройки оптической системы). Для того чтобы регистрировать свет только от одной точки объекта, после объективной линзы располагается диафрагма малого размера таким образом, что свет, испускаемый анализируемой точкой, проходит через диафрагму и будет зарегистрирован, а свет от остальных точек в основном задерживается диафрагмой. Вторая особенность состоит в том, что осветитель создает не равномерную освещенность поля зрения, а фокусирует свет в анализируемую точку. Это может достигаться использованием светоделительной пластинки или диском с несколькими отверстиями.

Принцип конфокального микроскопа показан на рис. 2.6. Из приведенной схемы видно, что пинхол блокирует свет, рассеянный от образца из плоскости Z_2 , при этом регистрируется спектр исключительно из плоскости Z_1 , фокальной плоскости. Только сфокусированные и идущие по оси световые пучки достигают детектора, а внеосевые и несфокусированные пучки блокируются, таким образом, ограничивается глубина детектирования объема образца. Поэтому конфокальный микроскоп способен получать изображение тонких оптических слоев, слой за слоем, фокусируясь в глубину образца вплоть до 80 мкм. При определенных условиях толщина такого слоя может составлять менее 500 нм. Преимущества конфокального лазерного микроскопа по сравнению с обычным микроскопом очевидны. Это способность собирать рассеянный образом свет из маленькой исследуемой точки внутри достаточно большого образца. При этом не только значительно возрастает осевое разрешение, но и улучшается поперечное разрешение. Подавляется мешающая флуоресценция и уменьшается рассеянный свет. Все это повышает качество и контраст изображения каждого тонкого оптического слоя и позволяет получить трехмерное изображение, которое содержит информацию о пространственной структуре объекта.

Способ конфокального сканирования трехмерных микрообъектов был предложен еще в 50-х годах прошлого столетия, но первые 3D-микроскопы появились только к концу 80-х. В настоящее время на большее распространение получила лазерная сканирующая конфокальная микроскопия (LSCM – Laser Scanning Confocal Microscopy).

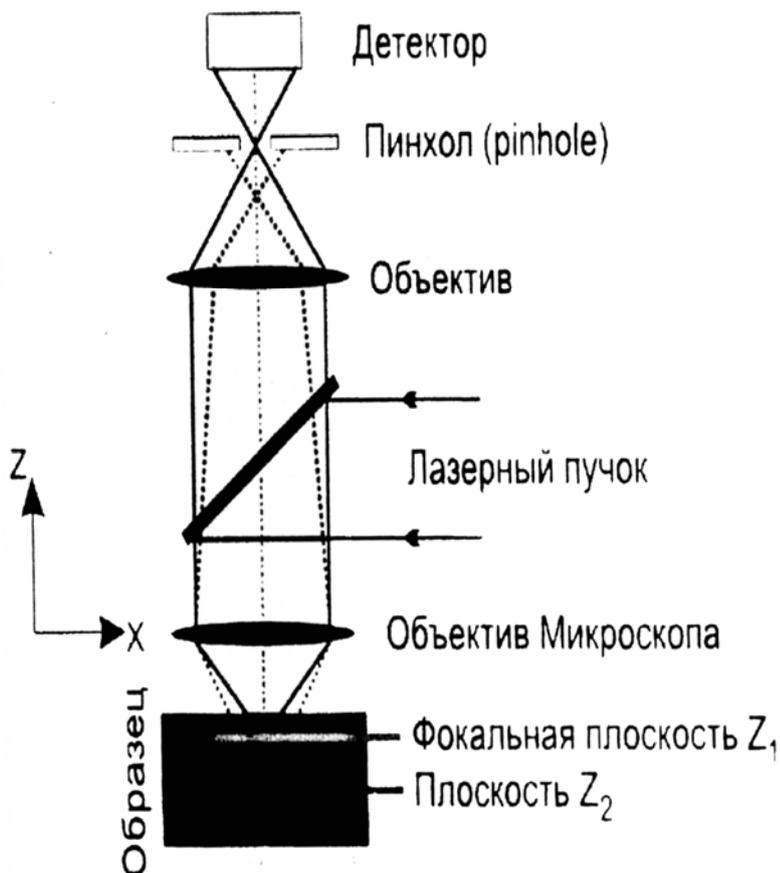


Рис. 2.6. Схема конфокального микроскопа

Объемное изображение в LSCM получается при помощи регистрации флуоресценции в фокусе лазерного луча. Излучаемые фотоны фокусируются объективом на небольшом (~ 50 мкм) отверстии, которое ослабляет флуоресцентный сигнал от участков, находящихся не в фокусе.

Для реконструкции рельефа поверхности снимаются несколько оптических срезов, подобно методам определения высоты по фокусу, и строится функция измерения фокуса. В качестве значения функции измерения фокуса выбирается интенсивность отраженного от точки света. Высота рельефа поверхности определяется по максимуму функции измерения фокуса.

Основным недостатком таких методов является большое время захвата оптических срезов (порядка секунды и более на одно изображение). Значительно более высокая скорость сканирования характерна для SDCM (Spinning Disk Confocal Microscopy), где используется вращающийся диск с тысячами отверстий. Однако такой микроскоп становится весьма дорогостоящим. К примеру, в России такой микроскоп имеется лишь в ряде некоторых крупных институтов РАН.

Таким образом, сегодня можно выделить две конкурирующие методики измерения рельефа поверхности нанообъектов. Это методы конфокальной микроскопии и методы определения высоты по фокусу, использующие «классический микроскоп». Обладая рядом преимуществ (точность, универсальность), конфокальная микроскопия все же пока является одним из самых дорогостоящих методов измерения. Методика же измерения высоты по фокусу не требует практически никакого аппаратного усовершенствования и может работать на любом оптическом микроскопе.

Одной из наиболее распространенных интерференционных схем, использующихся для дистанционных измерений, является оптическая схема лазерного интерферометра Майкельсона.

В оптической схеме рис. 2.7 лазер 1 формирует когерентный световой пучок, который после прохождения оптического элемента развязки 2, предназначенного для предотвращения попадания отраженного излучения обратно в резонатор лазера 1, поступает на светоделительную пластину 3. Пластина 3 делит световой пучок на два пучка. Проходящий световой пучок поступает на вторую светоделительную пластину 4, который также делится на два пучка с приблизительно равными интенсивностями. Пучок, прошедший пластину 4, попадает на отражатель 5, выполненный в виде трипель-призмы и жестко связанный с подвижным объектом 6. Часть светоделительной пластины 4 выполнена полностью отражающей, поэтому световой пучок в результате последовательных отражений от трипель-призмы 5, пластины 4 и снова трипель-призмы 5 возвращается к пластинке 3 и интерферирует с пучком, отраженным от пластины 4, с образованием интерференционной картины в плоскости анализа фотопреобразователя 8.

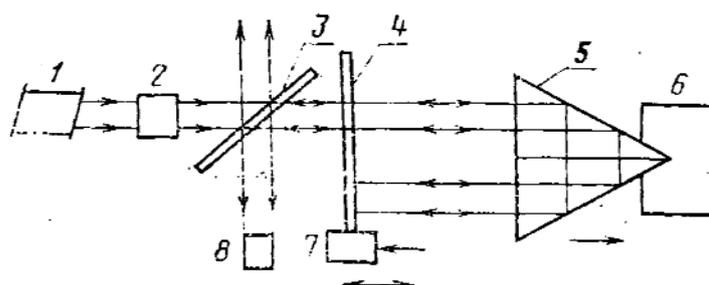


Рис. 2.7. Оптическая схема лазерного интерферометра

Интерференционная модуляция в схеме рис. 2.7 осуществляется путем периодического перемещения светоделительной пластины 4 в направлении, совпадающем с направлением распространения светового пучка. Периодические перемещения осуществляются с помощью пьезокерамического преобразователя перемещения 7, с которым жестко скреплена пластинка 4. В результате периодических перемещений пластины 4 на выходе

фотопреобразователя 8 формируется переменный электрический сигнал, фаза которого связана с измеряемым перемещением интерференционной картины. Таким образом, весь дальнейший процесс измерения оказывается связанным с измерением фазы электрического сигнала, формирующегося на выходе фотопреобразователя 8.

Световая микроскопия, как и электронная, существенно расширила области своего применения при использовании микроскопов с поэлементным принципом построения изображений. Информативные возможности растровых микроскопов, специфика формирования контраста изображений позволяют превратить их в приборы для измерений локальных параметров микрообъектов. Для этой цели особенно эффективны растровые оптические микроскопы (РОМ) с лазерными источниками излучения.

В РОМ остросфокусированный световой луч сканирует по поверхности изучаемого объекта, выписывая растр телевизионного типа. Синхронно осуществляется развертка в кинескопе видеоконтрольного блока, на экране которого наблюдают изображение. Видеосигнал формируется при улавливании фоторегистратором прошедшего или отраженного света или наведенными током или фото-ЭДС, возбуждаемыми сканирующим пучком в объектах с определенной структурой. Амплитуда и форма сигнала в этом случае зависят от локальных электрофизических параметров объекта, что и позволяет осуществлять измерения и представлять информацию в виде двумерной карты распределения фотоактивных участков на изучаемом объекте.

Особенности работы РОМ обуславливают их применение, прежде всего, для исследования дефектов и анализа отказов различных полупроводниковых приборов и интегральных схем. У РОМ весьма высока разрешающая способность, которая равна эффективному диаметру светового пятна на сканируемой плоскости объекта.

Наибольшее распространение получили РОМ с газовым лазером в качестве источника излучения. В этих приборах сканирование светового пятна по объекту может быть осуществлено механически или при помощи оптоэлектронных устройств.

При механическом отклонении применяют системы с вращающимися или вибрирующими под действием электродинамических или магнетострикционных эффектов зеркалами или перемещают сам объект относительно неподвижного светового луча. Устройствам такого типа присущи

недостатки, основной из которых – инерционность механических систем развертки, ограничивающая пределы диапазона разверток РОМ. Частотные пределы разверток РОМ могут быть расширены применением электрооптических или акустооптических дефлекторов. Однако эти системы сложнее и не обеспечивают отклонение всего поступающего на дефлекторы светового потока. Такие недостатки приборов, как малый рабочий отрезок объектива и поле зрения, обусловленные необходимостью применения оптики с большим коэффициентом уменьшения, ограничивают возможности РОМ.

Совершенствование электроники в XX веке не могло не отразиться на использовании ее в оптической микроскопии.

2.2.2. Электронная микроскопия

Электронный микроскоп (ЭМ) – прибор для наблюдения и фотографирования многократно (до 10^6 раз) увеличенного изображения объекта (рис. 2.8). Здесь вместо световых лучей используются пучки электронов, ускоренных до больших энергий (30 – 1000 кэВ и более) в условиях глубокого вакуума. Физические основы корпускулярно-лучевых оптических приборов были заложены в 1827 году (почти за сто лет до появления ЭМ) У.Р. Гамильтоном, установившим существование аналогии между прохождением световых лучей в оптически неоднородных средах и траекториями частиц в силовых полях. Целесообразность создания ЭМ стала очевидной после выдвижения в 1924 году гипотезы де Бройля о волновой природе электрона, а технические предпосылки были созданы Х. Бушем, который в 1926 году разработал магнитную электронную линзу.



Рис.2.8. Электронный микроскоп

Таким образом, главным приложением электронной оптики тех лет являлось изобретение и создание в 1930-х годах **электронного микроскопа**, построенного по законам волновой оптики, но с применением электрических и магнитных полей для фокусировки электронных лучей.

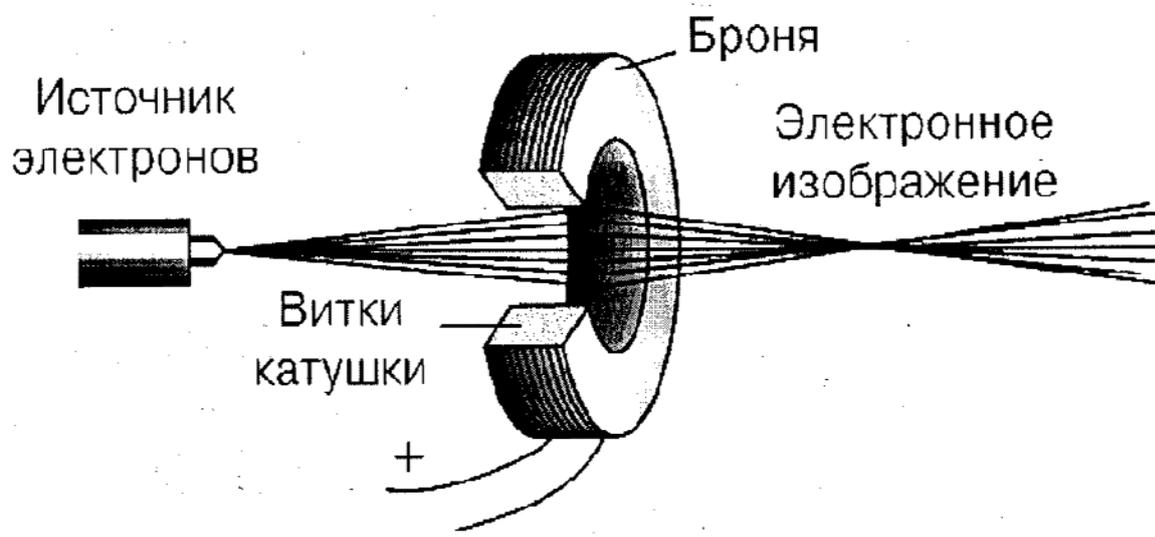


Рис. 2.9. Магнитная линза

В 1931 году Р. Руденберг получил патент на **просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ)**, а в 1931 году М. Кноль и Э. Руска построили первый просвечивающий микроскоп, применив магнитные линзы для фокусировки электронов (Э. Руска за данный вклад стал лауреатом Нобелевской премии по физике за 1986 год). В СССР первый электронный микроскоп с увеличением до 10000 раз и разрешением до 400 ангстрем построен в Оптическом институте (г. Ленинград) в 1940 году.

В последующие годы Арденне (1938), В.К. Зворыкиным, США (1942) были построены первые **растровые ЭМ (РЭМ)**, работающие на принципе сканирования, т.е. последовательного от точки к точке перемещения тонкого электронного пучка (зонда) по объекту.

По некоторым источникам первый растровый электронный микроскоп был изобретен в 1952 году Чарльзом Отли. И лишь после ряда технических усовершенствований он был внедрен в производство в середине 1960-х годов. Как бы то ни было, но к середине 1960-х годов РЭМ достигли высокого технического совершенства.

Итак, в отличие от оптического, в электронном микроскопе используют потоки электронов и магнитные или электростатические линзы (в оптическом микроскопе линзы стеклянные).

Некоторые ЭМ позволяют увеличивать изображение в 5 млн. раз, в то время как максимальное увеличение лучших оптических микроскопов достигает 2000 раз. Как оптические, так и электронные микроскопы имеют ограничения в разрешающей способности в зависимости от длины волн.

По видам различают:

- просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ);
- растровый электронный микроскоп (РЭМ);
- отражательный электронный микроскоп (ОЭМ);
- растровый просвечивающий электронный микроскоп (РПЭМ);
- фотоэмиссионный электронный микроскоп (ФЭЭМ).

ПЭМ обладают самой высокой разрешающей способностью, превосходя по этому параметру световые микроскопы в несколько тысяч раз. Предел разрешения объекта у ПЭМ составляет 0,15 – 0,3 нм, т.е. достигает уровня, позволяющего наблюдать атомарную и молекулярную структуру исследуемых объектов. Столь высокие разрешения достигаются благодаря чрезвычайно малой длине волны электронов. Линзы ЭМ обладают аберрациями, эффективных методов коррекции которых не найдено в отличие от светового микроскопа. Поэтому в ПЭМ магнитные электронные линзы, у которых аберрации на порядок величины меньше, полностью вытеснили электростатические.

Принцип действия магнитной линзы поясняется схемой (рис.2.9). Витки провода, по которым проходит ток, фиксируют пучок электронов так же, как стеклянная линза фокусирует световой пучок. Электронное изображение формируется электрическими и магнитными полями примерно так же, как световое – оптическими линзами. Магнитное поле, создаваемое витками катушки, по которой проходит ток, действует как собирающая линза, фокусное расстояние которой можно изменять, изменяя ток. Поскольку оптическая сила такой линзы, т.е. способность фокусировать электроны, зависит от напряженности магнитного поля вблизи оси, для ее увеличения желательно сконцентрировать магнитное поле в минимально возможном объеме. Практически это достигается тем, что катушку почти полностью закрывают магнитной «броней» из специального никель-кобальтового сплава, оставляя лишь узкий зазор в ее внутренней части. Создаваемое таким образом магнитное поле может быть в 10 – 100 тысяч раз более сильным, чем магнитное поле Земли на земной поверхности.

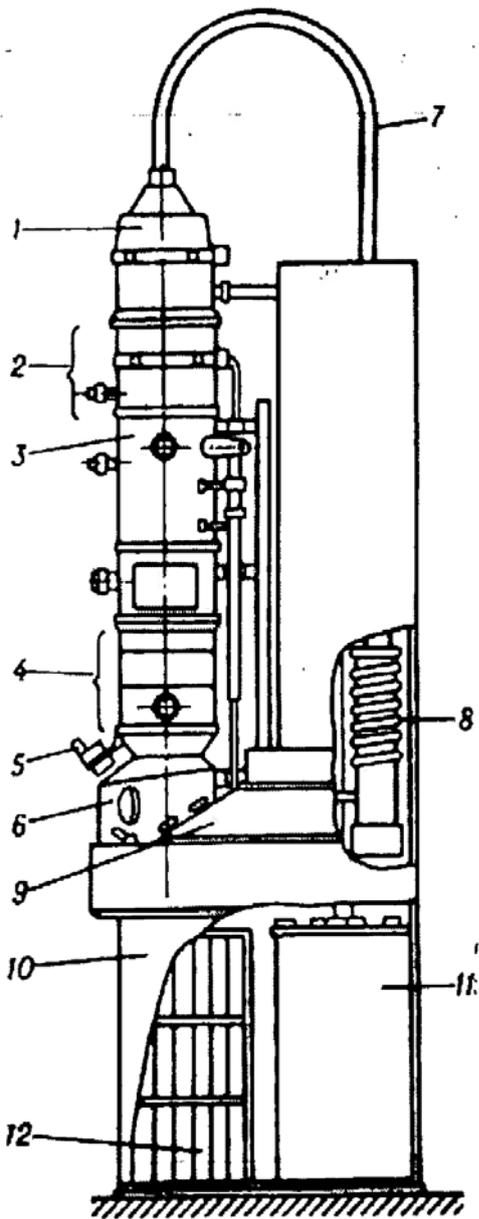


Рис. 2.10. Электронный микроскоп просвечивающего типа (ПЭМ):

1 – электронная пушка с ускорителем; 2 – конденсорные линзы; 3 – объективная линза; 4 – проекционные линзы; 5 – световой микроскоп, дополнительно увеличивающий изображение, наблюдаемое на экране; 6 – тубус со смотровыми окнами, через которые можно наблюдать изображение; 7 – высоковольтный кабель; 8 – вакуумная система; 9 – пульт управления; 10 – стенд; 11 – высоковольтное питающее устройство; 12 – источник питания линз

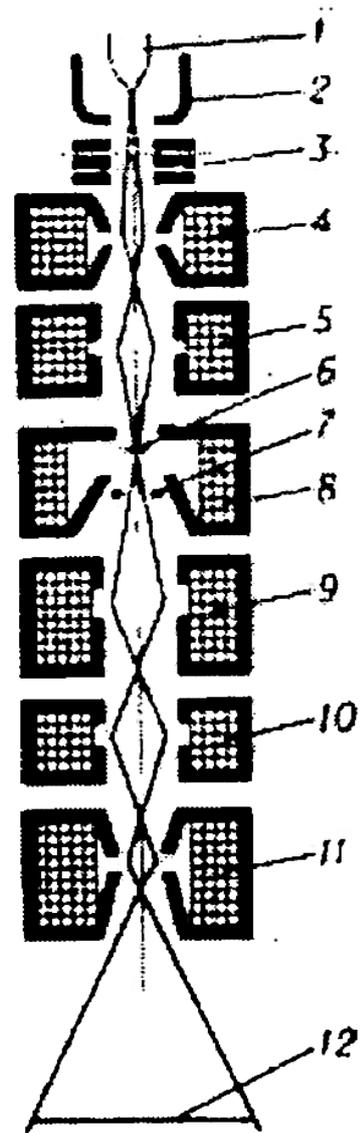


Рис. 2.11. Электронно-оптическая схема ПЭМ:

1 – катод; 2 – фокусирующий цилиндр; 3 – ускоритель; 4 – первый (короткофокусный) конденсор, создающий уменьшенное изображение источника электронов; 5 – второй (длиннофокусный) конденсор, который переносит уменьшенное изображение источника электронов на объект; 6 – объект; 7 – апертурная диафрагма объектива; 8 – объектив; 9, 10, 11 – система проекционных линз; 12 – катодолуминесцентный экран

Находящиеся в эксплуатации ПЭМ можно разделить на три группы: ЭМ высокого разрешения, упрощенные ПЭМ и ЭМ с повышенным ускоряющим напряжением.

ПЭМ с высокой разрешающей способностью ($2 - 3 \text{ \AA}$), как правило, универсальные приборы многоцелевого назначения. С помощью дополнительных устройств и приставок в них можно наклонять объект в разных плоскостях на большие углы к оптической оси, нагревать, охлаждать, деформировать его, осуществлять рентгеновский структурный анализ, исследования методами электронографии и пр. Ускоряющее электроны напряжение достигает $100 - 125 \text{ кВ}$, регулируется ступенеобразно и отличается высокой стабильностью: за $1 - 3$ мин. оно изменяется не более чем на $1 - 2$ миллионные доли от исходного значения. Изображение типичного ПЭМ описываемого типа приведено на рис. 2.10. В его оптической системе (колонне) с помощью специальной вакуумной системы создается глубокий вакуум (давление до 10^{-6} мм рт. ст.). Схема оптической системы ПЭМ изображена на рис. 2.11. Пучок электронов, источником которых служит нагретый катод, формируется в электронной пушке и затем дважды фокусируется первым и вторым конденсорами, создающими на объекте электронное «пятно» малых размеров (при регулировке диаметр пятна может меняться от 1 до 20 мкм). После прохождения сквозь объект часть электронов рассеивается и задерживается апертурной диафрагмой. Нерассеянные электроны проходят через отверстие диафрагмы и фокусируются объективом в предметной плоскости промежуточной линзы. Здесь формируется первое увеличенное изображение. Последующие линзы создают второе, третье и т.д. изображения. Последняя проекционная линза формирует изображение на флуоресцирующем экране, который светится под воздействием электронов. Увеличение ЭМ равно произведению увеличений всех линз. Степень и характер рассеяния электронов неодинаковы в различных точках объекта, т.к. толщина, плотность, структура и химический состав объекта меняются от точки к точке. Соответственно изменяется число электронов, прошедших через апертурную диафрагму, а, следовательно, и плотность тока на изображении. Возникает амплитудный контраст, который преобразуется в световой контраст на экране. В случае тонких объектов превалирует фазовый контраст, вызываемый изменением фаз волн де Бройля, рассеянных в объекте и интерферирующих в плоскости изображения. Под экраном ЭМ расположен магазин с фотопластинками, при фото-

графировании экран удаляется и электроны воздействуют на фотоэмульсионный слой. Изображение фокусируется объективной линзой с помощью

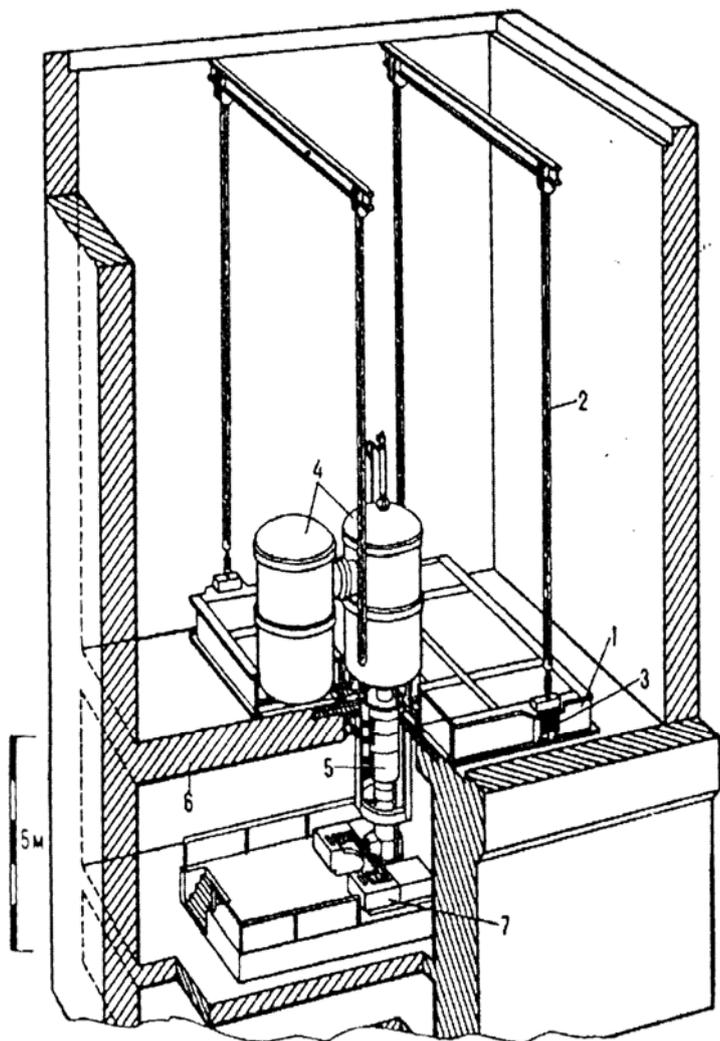


Рис. 2.12. Сверхвысоковольтный электронный микроскоп (СВЭМ):

1 – виброизолирующая платформа; 2 – цепи, на которых висит платформа; 3 – амортизирующие пружины; 4 – баки, в которых находятся генератор высокого напряжения и ускоритель электронов с электронной пушкой; 5 – электронно-оптическая колонна; 6 – перекрытие, разделяющее здание СВЭМ на верхний и нижний залы и защищающее персонал, работающий в нижнем зале, от рентгеновского излучения; 7 – пульт управления микроскопом

увеличения изображения объекта), имеют меньшее (60 – 100 кВ) ускоряющее напряжение и более низкую стабильность высоко-го напряжения и токов линз. Их разрешающая способность 0,5 – 0,7 нм.

плавной регулировки тока, изменяющей ее магнитное поле. Токами других электронных линз регулируется увеличение ЭМ, которое равно произведению увеличений всех линз. При больших увеличениях яркость свечения экрана становится недостаточной и изображение наблюдают с помощью усилителя яркости. Для анализа изображения производится аналогово-цифровое преобразование содержащейся в нем информации и обработка на компьютере. Усиленное и обработанное по заданной программе изображение выводится на экран компьютера и при необходимости вводится в запоминающее устройство.

Упрощенные ПЭМ предназначены для научных исследований, в которых не требуется высокая разрешающая способность. Их используют также для предварительного просмотра объектов, рутинной работы и в учебных целях. Эти приборы просты по конструкции (один конденсор, 2 – 3 электронные линзы для

Сверхвысоковольтные ЭМ (СВЭМ) – приборы с ускоряющим напряжением от 1 до 3,5 МВ – представляют собой крупногабаритные сооружения высотой от 5 до 15 м (рис. 2.12). Для них оборудуют специальные помещения или строят отдельные здания, являющиеся составной частью комплекса СВЭМ. Первые СВЭМ предназначались для исследования объектов большой (1 – 10 мкм) толщины, при которой сохраняются свойства массивного твердого тела. Из-за сильного влияния хроматических aberrаций разрешающая способность таких ЭМ снижается. Однако по сравнению с 100-киловольтными ЭМ разрешение изображения толстых объектов в СВЭМ в 10 – 20 раз выше. Так как энергия электронов в СВЭМ больше, то длина их волны меньше, чем в ПЭМ высокого разрешения. Поэтому после решения сложных технических проблем (на это ушло не одно десятилетие) и реализации высокой виброустойчивости, надежной виброизоляции и достаточной механической и электрической стабильности на СВЭМ была достигнута самая высокая (0,13 – 0,17 нм) для просвечивающих ЭМ разрешающая способность, позволившая фотографировать изображения атомарных структур. Однако сферическая aberrация и дефокусировка объектива искажают изображения, полученные с предельным разрешением, и мешают получению достоверной информации. Этот информационный барьер преодолевается с помощью фокальных серий изображений, которые получают при различной дефокусировке объектива. Параллельно для тех же дефокусировок проводят моделирование изучаемой атомарной структуры на компьютере. Сравнение фокальных серий с сериями модельных изображений помогает расшифровать микрофотографии атомарных структур, сделанные на СВЭМ с предельным разрешением. На рис. 2. представлена схема СВЭМ, размещенного в специальном здании. Основные узлы прибора объединены в единый комплекс с помощью платформы, которая подвешена к потолку на четырех цепях и амортизационных пружинах. Сверху на платформе находятся два бака, наполненные электроизоляционным газом под давлением 3 – 5 атм. В один из них помещен высоковольтный генератор, в другой – электростатический ускоритель электронов с электронной пушкой. Оба бака соединены патрубком, через который высокое напряжение от генератора передается на ускоритель. Снизу к баку с ускорителем примыкает электронно-оптическая колонна, расположенная в нижней части здания, защищенной перекрытием от рентгеновского излучения, возникающего в ускорителе. Все перечис-

ленные узлы образуют жесткую конструкцию, обладающую свойствами физического маятника с большим (до 7 с) периодом собственных колебаний, которые гасятся жидкостными демпферами. Маятниковая система подвески обеспечивает эффективную изоляцию СВЭМ от внешних вибраций. Управление прибором производится с пульта, находящегося около колонны. Устройство линз, колонны и других узлов прибора подобно соответствующим устройствам ПЭМ и отличается от них большими габаритами и весом.

Основными видами искажений электронных линз в просвечивающих микроскопах являются сферическая и хроматическая абберации, а также дифракция и приосевой астигматизм, т.е. искажение изображения из-за неодинакового преломления (или отражения) лучей в различных сечениях светового пучка. Астигматизм снижает резкость изображения, а проецируемая точка превращается в эллипс.

В отражательном электронном микроскопе изображение создается с помощью электронов, отраженных (рассеянных) поверхностным слоем объекта. Образование изображения в нем обусловлено различием рассеяния электронов в разных точках объекта в зависимости от материала и микрорельефа. Обычно образцы получают под малым углом (приблизительно несколько градусов) к поверхности. Практически на электронных микроскопах такого типа достигнуто разрешение порядка 100 ангстрем.

Одна из особенностей отражательного электронного микроскопа – различие увеличений в различных направлениях вдоль плоскости объекта связано с наклонным положением объекта по отношению к оптической оси микроскопа. Поэтому увеличение такого микроскопа характеризуют обычно двумя величинами: увеличением в плоскости падения пучка электронов и увеличением в плоскости, перпендикулярной плоскости падения.

Растровые электронные микроскопы (РЭМ) с термоэмиссионной пушкой – самый распространенный тип приборов в электронной микроскопии. Растр – это решетка для структурного преобразования направленного светового пучка. Существуют:

- прозрачные растры – сочетание прозрачных и непрозрачных элементов;
- непрозрачные растры – чередование зеркальных (отражающих) элементов и поглощающих (рассеивающих) элементов;
- их комбинации.

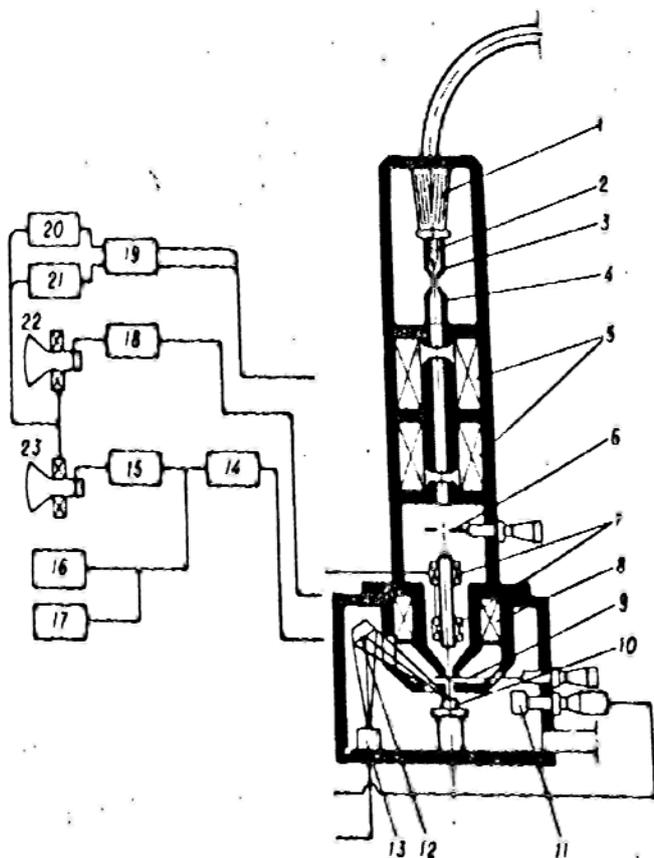


Рис. 2.13. Схема растрового электронного микроскопа (РЭМ):

1 – изолятор электронной пушки; 2 – V-образный термокатод; 3 – фокусирующий электрод; 4 – анод; 5 – конденсорные линзы; 6 – диафрагма; 7 – двухъярусная отклоняющая система; 8 – объектив; 9 – апертурная диафрагма объектива; 10 – объект; 11 – детектор вторичных электронов; 12 – кристаллический спектрометр; 13 – пропорциональный счетчик; 14 – предварительный усилитель; 15 – блок усиления; 16, 17 – аппаратура для регистрации рентгеновского излучения; 18 – блок усиления; 19 – блок регулировки увеличения; 20, 21 – блоки горизонтальной и вертикальной разверток; 22, 23 – электронно-лучевые трубки

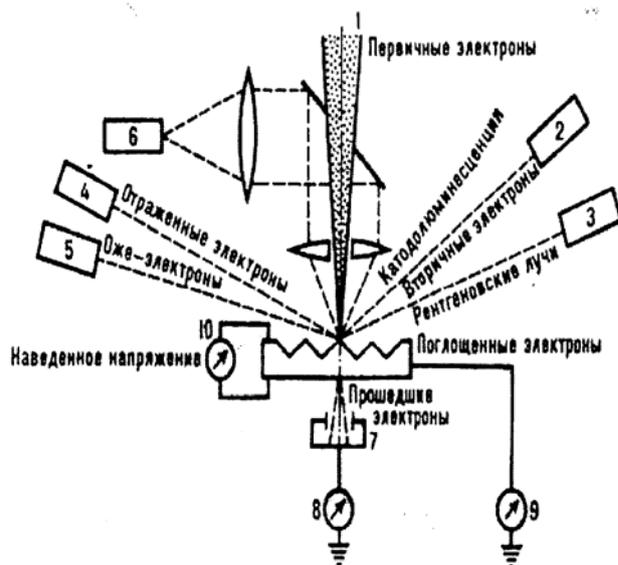


Рис. 2.14. Схема регистрации информации об объекте, получаемой в РЭМ:

1 – первичный пучок электронов; 2 – детектор вторичных электронов; 3 – детектор рентгеновского излучения; 4 – детектор отраженных электронов; 5 – детектор оже-электронов; 6 – детектор светового излучения; 7 – детектор прошедших электронов; 8 – схема для регистрации тока прошедших через объект электронов; 9 – схема для регистрации тока поглощенных в объекте электронов; 10 – схема для регистрации наведенного на объекте электрического потенциала

Разрешающая способность РЭМ зависит от электронной яркости пушки и в приборах рассматриваемого класса составляет 5 – 10 нм. Ускоряющее напряжение регулируется в пределах от 1 до 30 – 50 кВ. Устройство РЭМ показано на рис. 2.13. При помощи двух или трех электронных линз на поверхность образца фокусируется узкий электронный зонд. Магнитные отклоняющие катушки развертывают зонд по заданной площади на объекте. При взаимодействии электронов зонда с объектом возникает несколько видов излучений (рис. 2.14): вторичные и отраженные электроны, оже-электроны, рентгеновское тормозное излучение и характеристическое излучение, световое излучение и т.д. Любое из излучений, токи электронов, прошедших сквозь объект (если он тонкий) и поглощенных в объекте, а также напряжение, наведенное на объекте, могут регистрироваться соответствующими детекторами, преобразующими эти излучения, токи и напряжения в электрические сигналы, которые после усиления подаются на электронно-лучевую трубку (ЭЛТ) и модулируют ее пучок. Развертка пучка ЭЛТ производится синхронно с разверткой электронного зонда в РЭМ, и на экране ЭЛТ наблюдается увеличенное изображение объекта. Увеличение равно отношению размера кадра на экране ЭЛТ к соответствующему размеру на сканируемой поверхности объекта. Фотографируют изображение непосредственно с экрана ЭЛТ. Основное достоинство РЭМ – высокая информативность прибора, обусловленная возможностью наблюдать изображения, используя сигналы различных детекторов. С помощью РЭМ можно исследовать микрорельеф, распределение химического состава по объекту, р-п-переходы, производить рентгеновый спектральный анализ и др. РЭМ широко применяются и в технологических процессах.

Высокая разрешающая способность РЭМ реализуется при формировании изображения с использованием вторичных электронов. Она находится в обратной зависимости от диаметра зоны, из которой эти электроны эмитируются. Размер зоны зависит от диаметра зонда, свойств объекта, скорости электронов первичного пучка и т.д. При большой глубине проникновения первичных электронов вторичные процессы, развивающиеся во всех направлениях, увеличивают диаметр зоны, и разрешающая способность падает. Детектор вторичных электронов состоит из фотоэлектронного умножителя (ФЭУ) и электронно-фотонного преобразователя, основным элементом которого является сцинтиллятор. Число вспышек сцинтиллятора пропорционально числу вторичных электронов, выбитых в данной точ-

ке объекта. После усиления в ФЭУ и в видеоусилителе сигнал модулирует пучок ЭЛТ. Величина сигнала зависит от топографии образца, наличия локальных электрических и магнитных микрополей, величины коэффициента вторичной электронной эмиссии, который, в свою очередь, зависит от химического состава образца в данной точке.

Отраженные электроны улавливаются полупроводниковым детектором с р-п-переходом. Контраст изображения обусловлен зависимостью коэффициента отражения от угла падения первичного пучка в данной точке объекта и от атомарного номера вещества. Разрешение изображения, получаемого в «отраженных электронах», ниже, чем от получаемого с помощью вторичных электронов (иногда на порядок величины). Из-за прямолинейности полета электронов информация об отдельных участках объекта, от которых прямого пути к детектору нет, теряется (возникают тени). Для устранения потерь информации, а также для формирования изображения рельефа образца, на которое не влияет его элементный состав и, наоборот, для формирования картины распределения химических элементов в объекте, на которую не влияет его рельеф, в РЭМ применяется детекторная система, состоящая из нескольких размещенных вокруг объекта детекторов, сигналы которых вычитаются один из другого или суммируются, а результирующий сигнал после усиления подается на модулятор ЭЛТ.

РЭМ с автоэмиссионной пушкой обладают высокой разрешающей способностью (до 2 – 3 нм). В автоэмиссионной пушке используется катод в форме острия, у вершины которого возникает сильное электрическое поле, вырывающее электроны из катода (автоэлектронная эмиссия). Электронная яркость пушки с автоэмиссионным катодом в $10^3 - 10^4$ раз выше яркости пушки с термокатодом. Соответственно увеличивается ток электронного зонда. Поэтому в РЭМ с автоэмиссионной пушкой осуществляют наряду с медленной быструю развертку, а диаметр зонда уменьшают для повышения разрешающей способности. Однако автоэмиссионный катод работает устойчиво лишь при сверхвысоком вакууме ($10^{-7} - 10^{-9}$ Па), что усложняет конструкцию и эксплуатацию таких РЭМ.

Просвечивающие растровые электронные микроскопы (рис. 2.15а) (ПРЭМ) обладают столь же высокой разрешающей способностью, как и ПЭМ. В этих приборах применяются автоэмиссионные пушки, работающие в условиях сверхвысокого вакуума (до 10^{-8} Па), обеспечивающие достаточный ток в зонде малого диаметра (0,2 – 0,3 нм). Диаметр зонда уменьшают две магнитные линзы.

Электронный зонд имеет сложную форму как в вертикальной, так и в горизонтальной плоскостях. Вертикальный профиль можно представить схемой, показанной на рис. 2.15, б, где приведены основные параметры вертикального сечения зонда: φ_d – угол сходимости-расходимости зонда, d_f – диаметр зонда в фокусе, h_f – глубина фокусировки, d – диаметр зонда на уровне исследуемой структуры, который может меняться в процессе эксперимента с помощью фокусировки зонда или перемещением структуры по вертикали.

В настоящее время приняты следующие параметры зондов современных растровых электронных микроскопов: $\varphi_d \approx 0,08^\circ$; $h_f \approx 20 \text{ мкм}$; $d_f \approx 10...30 \text{ нм}$.

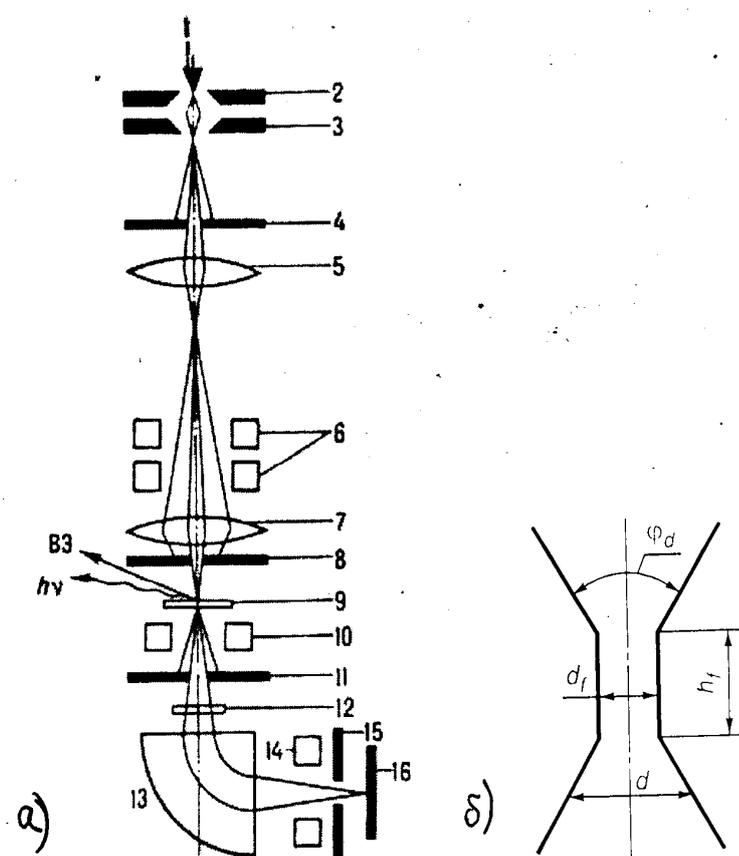


Рис. 2.15. а – Растровый электронный микроскоп (РЭМ). Принципиальная схема:

1 – автоэмиссионный катод; 2 – промежуточный анод; 3 – анод; 4 – диафрагма «осветителя»; 5 – магнитная линза; 6 – двухъярусная отклоняющая система для развертки электронного зонда; 7 – магнитный объектив; 8 – апертурная диафрагма объектива; 9 – объект; 10 – отклоняющая система; 11 – кольцевой детектор рассеянных электронов; 12 – детектор нерассеянных электронов (удаляется при работе магнитного спектрометра); 13 – магнитный спектрометр; 14 – отклоняющая система для отбора электронов с различными потерями энергии; 15 – щель спектрометра; 16 – детектор спектрометра; ВЭ – вторичные электроны; $h\nu$ – рентгеновское излучение;

б – Схема вертикального сечения электронного зонда РЭМ

Ниже объекта расположены детекторы – центральный и кольцевой. На первый попадают нерассеянные электроны, и после преобразования и усиления соответствующих сигналов на экране ЭЛТ появляется светло-

польное изображение. На кольцевом детекторе собираются рассеянные электроны, создающие темнопольное изображение. В ПРЭМ можно исследовать более толстые объекты, чем в ПЭМ, т.к. возрастание числа неупруго рассеянных электронов с толщиной не влияет на разрешение (после объекта электронная оптика для формирования изображения отсутствует). С помощью анализатора энергии электроны, прошедшие сквозь объект, разделяются на упруго и неупруго рассеянные пучки. Каждый пучок попадает на свой детектор, и на ЭЛТ наблюдаются соответствующие изображения, содержащие дополнительную информацию об элементном составе объекта. Высокое разрешение в ПРЭМ достигается при медленных развертках, т.к. в зонде диаметром всего 0,2 – 0,3 нм ток получается малым. ПРЭМ оснащаются всеми используемыми в электронной микроскопии устройствами для аналитических исследований объектов и, в частности, спектрометрами энергетических потерь электронов, рентгеноспектрометрами, сложными системами детектирования прошедших, обратно рассеянных и вторичных электронов, выделяющих группы электронов, рассеянных на различные углы, имеющих различную энергию и т.п. Приборы комплектуются ЭВМ для комплексной обработки поступающей информации.

РЭМ обеспечивает широкие возможности для изучения структуры материалов:

- высокая разрешающая способность РЭМ делает целесообразным его использование для металлографического исследования дисперсных элементов структуры: частиц второй фазы, ямок травления, пор, а также начальных очагов разрушения металла при коррозии, эрозии, износе и других видах внешнего воздействия. Современные РЭМ снабжены программным обеспечением, позволяющим проводить автоматизированную обработку изображений, включающую оценку дисперсности среднего размера, протяженности границ, формы и других параметров структуры материалов. Варьирование увеличений в широком диапазоне и большая глубина резкости, достигаемая в микроскопе, значительно упрощают исследование поверхностей тонких объектов – торцевой поверхности тонкого листа, микронной проволоки и др.;

- на РЭМ успешно изучают порошки, в которых важно оценить морфологию частиц, их дисперсию и другие параметры, требующие получение объемной информации. Большая глубина фокуса РЭМ позволяет отчетли-

во и одновременно наблюдать частицы порошка, сильно отличающиеся по размерам, например, с радиусом частиц 0,05 мкм и 1 мм. Обилие полутонов на изображениях, получаемых в РЭМ, создает впечатление объемности и часто позволяет правильно представить себе пространственную конфигурацию элементов структуры исследуемого объекта. Для более сложных случаев можно использовать метод стереопар, обеспечивающий объемное изображение;

- эффект композиционного контраста позволяет на РЭМ наблюдать и ранжировать по среднему атомному номеру имеющиеся в образце фазы. Метод не требует предварительного травления шлифа, что позволяет одновременно осуществлять локальный микрорентгеноспектральный анализ химического состава образца. В настоящее время практически все РЭМ имеют приставки-микроанализаторы. Используя композиционный контраст, выявляют фазы, границы зерен и, исследуя их с помощью микроанализатора, устанавливают характер распределения элементов по сечению зерна, химический состав различных включений. Компьютерная система РЭМ с использованием банка данных позволяет по химическому составу идентифицировать фазы;

- для проведения фрактографических исследований наиболее целесообразно в сравнении с другими микроскопами использовать РЭМ. Фрактографические исследования дают информацию о строении излома. Она используется для изучения механизма разрушения материалов и выявления причин поломки деталей и конструкций при эксплуатации, а также для определения порога хладколомкости материалов, связанного с переходом от вязкого к хрупкому разрушению и др. РЭМ имеет автоматический анализатор изображений. ЭВМ в системе РЭМ позволяет количественно анализировать изображение изломов методами математической статистики, корреляционного анализа и др.;

- на РЭМ возможно получение картин каналирования электронов, дающих уникальную информацию о структуре материалов. Лежащий в основе этого метода эффект каналирования проявляется в следующем. Если первичные электроны при облучении объекта движутся между рядами атомов (по «каналам»), то вероятность их взаимодействия с атомами мала и они проникают на большую глубину. В этом случае выход вторичных электронов снижается и на экране возникает темная линия. Изменяя наклон зонда к поверхности образца на различные углы, получают картину каналирования электронов, представляющую собой сетку темных линий,

пересекающих светлое поле в различных направлениях. Сравнивая полученную картину с атласом карт, рассчитанных на ЭВМ, определяют кристаллографическую ориентацию зерен и параметры кристаллической решетки. По картинам каналирования выявляют также дислокации, блочную структуру и степень ее разориентации. Поскольку каждое зерно имеет определенную картину каналирования, возникает зеренный контраст, который используется для выявления различных дисперсных фаз;

- в РЭМ предусматривается установка различных приставок для получения дополнительной информации о материалах. Характеристическое рентгеновское излучение служит для оценки химического состава материала, в том числе его локальных областей. Католюминисценция позволяет определять включения и фазовый состав неметаллических и полупроводниковых материалов. Анализ потока прошедших через образец электронов дает представление о структуре фольг, подобно ПЭМ. РЭМ позволяет регистрировать магнитные поля и выявлять доменную структуру. Большие камеры для образцов в РЭМ дают возможность монтировать в них приспособления для проведения различных испытаний. Большая глубина фокуса РЭМ позволяет исследовать кинетику процессов в образце под действием механических нагрузок, магнитного и электрического полей, химических реактивов, нагрева и охлаждения.

Эмиссионные электронные микроскопы создают изображение объекта электронами, которые эмитирует сам объект при нагревании, бомбардировке первичным пучком электронов, под действием электромагнитного излучения и при наложении сильного электрического поля, вырывающего электроны из объекта. Эти приборы обычно имеют узкое целевое назначение.

Зеркальные электронные микроскопы служат главным образом для визуализации электростатических «потенциальных рельефов» и магнитных микрополей на поверхности объекта. Основным электронно-оптическим элементом прибора является электронное зеркало, причем одним из электродов служит сам объект, который находится под небольшим отрицательным потенциалом относительно катода пушки. Электронный пучок направляется в электронное зеркало и отражается полем в непосредственной близости от поверхности объекта. Зеркало формирует на экране изображение «в отраженных пучках»: микрополя возле поверхности объекта перераспределяют электроны отраженных пучков, создавая контраст в изображении, визуализирующий эти микрополя.

2.3. Сканирующая зондовая микроскопия

2.3.1. Виды сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ)

Во всех упомянутых методах применяется принцип облучения исследуемого объекта потоком частиц и детектирования результатов взаимодействия пучка частиц с объектом исследования. В сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) использован другой принцип: вместо зондирующих частиц в ней используется твердотельный механический зонд в виде иглы и детектируется результат взаимодействия иглы с поверхностью исследуемого объекта. При этом может использоваться взаимодействие различной природы (механическое, электростатическое, магнитное, электромагнитное). Образно выражаясь, можно сказать, что если в оптическом или электронном микроскопах образец осматривается, то в СЗМ – ощупывается. Другим важным принципом, отраженным в названии метода СЗМ, является принцип сканирования, т.е. получение не усредненной информации об объекте исследования, а дискретное (от точки к точке, от линии к линии) перемещение зонда и считывание информации в каждой точке.

Сканирующая зондовая микроскопия – один из мощных современных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением. За последние 10 лет сканирующая зондовая микроскопия превратилась из экзотической методики, доступной лишь ограниченному числу исследовательских групп, в широко распространенный и успешно применяемый инструмент для исследования свойств поверхности. В настоящее время практически ни одно исследование в области физики поверхности и тонкопленочных технологий не обходится без применения методов СЗМ. Развитие сканирующей зондовой микроскопии послужило также основой для развития новых методов в нанотехнологии – технологии создания структур с нанометровыми масштабами.

Изображение в СЗМ получают путем механического перемещения зонда, растрового сканирования образца и записи взаимодействия зонда с поверхностью. Оптический и электронный микроскоп дают лишь плоскую картинку. Увидеть трехмерную структуру микромира удалось только тогда, когда на смену оптическому лучу пришла тончайшая игла. Вначале принцип механического сканирования с помощью микрозонда нашел при-

менение в сканирующей туннельной микроскопии, а затем на этой основе был разработан более универсальный метод атомно-силовой микроскопии.

Сканирующий зондовый микроскоп – это инструмент со множеством возможностей. С его помощью можно строить реальные трехмерные изображения с широким динамическим диапазоном, охватывающим традиционные «сферы деятельности» оптических и электронных микроскопов. Это также и профилометр с беспрецедентным разрешением. Сканирующий зондовый микроскоп может измерять такие физические свойства, как, например, проводимость поверхности, распределение статических зарядов, параметры магнитных полей и модуля упругости, свойства смазочных пленок и др.

Основные виды сканирующих зондовых микроскопов – атомно-силовой микроскоп и сканирующий туннельный микроскоп, которые предполагают наличие твердой неподвижной зондирующей иглы в ближнем поле объекта.

Практически любые взаимодействия острия зонда с поверхностью (механические, магнитные) могут быть преобразованы с помощью соответствующих приборов и компьютерных программ в изображение поверхности. В настоящее время существует уже целое семейство сканирующих зондовых микроскопов: атомно-силовой, магнитный силовой, ближнего поля, основные характеристики которых (в первую очередь, разрешающая способность) вплотную приблизились к характеристикам СТМ. Например, атомно-силовой микроскоп не требует, чтобы образцы были проводящими, и позволяет при этом исследовать структурные и упругие свойства проводников и изоляторов, а также комбинацию изображений электронных и упругих свойств мягких материалов.

В различных литературных источниках СЗМ называют либо атомно-силовыми микроскопами (АСМ-АФМ), либо микроскопами поверхностного потенциала (SPM):

- Атомно-силовая микроскопия (EFM, atomic force microscopy).
- Электростатическая сканирующая туннельная микроскопия (EFM, electrostatic force microscopy).
- Электрохимическая сканирующая туннельная микроскопия (ESTM, electrochemical scanning tunneling microscopy).
- Силовая модуляционная микроскопия (FMM, force modulation microscopy).

- Кельвиновская зондовая силовая микроскопия (RPFM, kelvin probe force microscopy).
- Магнитная силовая микроскопия (MFM, magnetic force microscopy).
- Магнитно-резонансная силовая микроскопия (MRFM, magnetic resonance force microscopy).
- Сканирующая ближнепольная микроскопия (NSOM, near-field scanning optical microscopy, от SNOM, scanning near-field optical microscopy).
- Фотонная сканирующая туннельная микроскопия (PSTM, photon scanning tunneling microscopy).
- Сканирующая электрохимическая микроскопия (SECM, scanning electrochemical microscopy).
- Сканирующая емкостная микроскопия (SCM, scanning capacitance microscopy).
- Сканирующая затворная микроскопия (SGM, scanning gate microscopy).
- Сканирующая ионопроводящая микроскопия (SICM, scanning ion-conductance microscopy).
- Спин-поляризованная сканирующая туннельная микроскопия (SP-STM, spin polarized scanning tunneling microscopy).
- Сканирующая термальная микроскопия (SThM, scanning thermal microscopy).
- Сканирующая туннельная микроскопия (STM, scanning tunneling microscopy).
- Сканирующая микроскопия напряжения (SVM, scanning voltage microscopy).
- Сканирующая зондовая микроскопия Холла (SHPM, scanning Hall probe microscopy).

2.3.2. Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ)

В настоящее время существуют приборы, позволяющие отображать отдельные атомы: полевой ионный микроскоп и просвечивающий электронный микроскоп высокого разрешения. Однако оба они имеют существенные ограничения по применимости, связанные со специфическими требованиями к форме образцов. В первом случае образцы должны иметь форму острых игл из проводящего материала с радиусом закругления не

более 1000 Å, а во втором – тонких полосок толщиной менее 1000 Å. Поэтому изобретение в 1982 году Г. Биннигом и Г. Рорером, работающим в филиале компании ИБМ в Цюрихе, сканирующего туннельного микроскопа, не накладывающего ограничений на размеры образцов, реально открыло двери в новый микроскопический мир.

СТМ – первый из семейства зондовых микроскопов. Он стал первым устройством, давшим реальные изображения поверхностей с разрешением до размера атома.

Основное приложение СТМ – это измерение топографии. Именно благодаря своей чрезвычайно высокой чувствительности СТМ способен формировать изображения поверхностей с субангстремной точностью по вертикали и атомным латеральным (т.е. в горизонтальном направлении) разрешением.

В СССР первые работы по этой тематике появились в конце восьмидесятых годов XX века.

История создания этой методологии СТМ берет свое начало с конца 60-х годов XX века, когда Р. Янг (Национальное бюро стандартов, США) попытался использовать электронное туннелирование для исследования геометрической структуры поверхности. С этой целью он разработал прибор, названный им топографиметром, весьма напоминающий современный СТМ за одним принципиальным исключением: сканирование осуществлялось на расстоянии ~ 100 Å от поверхности и в режиме полевой электронной эмиссии (а не вакуумного туннелирования). В результате удалось наблюдать, например, поверхность дифракционной решетки (~ 180 линий/мм), но с разрешением лишь несколько сот ангстрем. Р. Янг сумел осуществить перемещение (и позиционирование) объектов в трех направлениях с точностью до 1 нм, используя перемещающие устройства на базе пьезоэлектриков. Пьезоэлектрические управляющие устройства открыли путь к созданию одного из современных вариантов микроскопа ближнего поля – растрового, или сканирующего, туннельного микроскопа.

В ноябре 1978 года будущие Нобелевские лауреаты Г. Биннинг и Г. Рорер вернулись к идее использования вакуумного туннелирования для локальной спектроскопии тонких оксидных слоев на металлах. Для перемещения острия на малые расстояния и поддержания ширины вакуумного зазора с субангстремной точностью были использованы пьезоэлектрические материалы и система обратной связи.

Принцип работы СТМ. По своей природе электрон обладает как волновыми, так и корпускулярными свойствами. Расчеты показывают, что волновые функции электронов в атоме отличны от нуля и за пределами размера самого атома. Поэтому при сближении атомов волновые функции электронов перекрываются раньше, чем начинает существенно сказываться действие межатомных сил. Появляется возможность перехода электронов от одного атома к другому. Таким образом, возможен обмен электронами и между двумя телами, сближенными без соприкосновения, то есть без механического контакта.

Для обеспечения направленного движения электронов (электрического тока) между такими телами необходимо выполнение двух условий:

- у одного тела должны быть свободные электроны (электроны проводимости), а у другого – незаполненные электронные уровни, куда могли бы перейти электроны;
- между телами требуется приложить разность потенциалов, и ее величина несоизмеримо мала в сравнении с той, что требуется для получения электрического разряда при пробое воздушного диэлектрического зазора между двумя телами.

Электрический ток, возникающий при заданных условиях, объясняется туннельным эффектом и называется туннельным током. Явление туннелирования в СТМ реализуется, когда один из проводников представляет собой иглу (зонд) 1, а другой – поверхность исследуемого объекта 3 (рис. 2.16). То есть в сканирующем туннельном микроскопе роль отверстия играет тончайшее металлическое (как правило, вольфрамовое) острие, или зонд, кончик которого может представлять собой один-единственный атом и иметь размер в поперечнике около 0,2 нм. Пьезоэлектрические устройства подводят зонд на расстояние 1-2 нм от поверхности исследуемого электропроводящего объекта – настолько близко, что электронные облака на кончике зонда и ближайшего к нему атома объекта перекрываются. Если теперь между объектом и зондом создать небольшую разность потенциалов, электроны будут «перескакивать» через зазор (или, как говорят физики, туннелировать), и появится слабый туннельный ток.

Для малых расстояний L острие иглы уже нельзя считать плавно закругленным: на нем почти наверняка будут отдельные выступы высотой в несколько атомов. Некоторые из выступов ближе других расположены к зондируемой поверхности, и именно через них протекает туннельный ток,

резко улучшая пространственное разрешение прибора. Иногда микровыступы на конце эмиттера создают специально, подвергая иглу бомбардировке энергичными ионами. Другая методика состоит в наращивании микровыступов сильным электрическим полем (порядка 10^8 В/см), которое стимулирует миграцию атомов по поверхности иглы и их стекание на самый кончик с образованием микроострий. Электроны из образца туннелируют на иглу, создавая таким образом туннельный ток. Для туннелирования необходимо, чтобы сканируемое вещество было проводящим (или полупроводящим). При оценке туннельного тока I_T полагают, что поток электронов «стекает с крайнего атома» на кончике иглы, образуя пучок электронов диаметром порядка 0,4 нм (что обеспечивает высокую разрешающую способность микроскопа по плоскости объекта). Величина этого тока чрезвычайно чувствительна к расстоянию образец – игла, поэтому при увеличении расстояния только на 0,1 нм туннельный ток I_T уменьшается почти в 10 раз. Это обеспечивает высокую разрешающую способность микроскопа по высоте объекта, поскольку незначительные изменения по высоте рельефа поверхности вызывают существенное увеличение или уменьшение туннельного тока. Типичные значения величины тока 1 – 1000 пА при расстоянии около 1 Å.

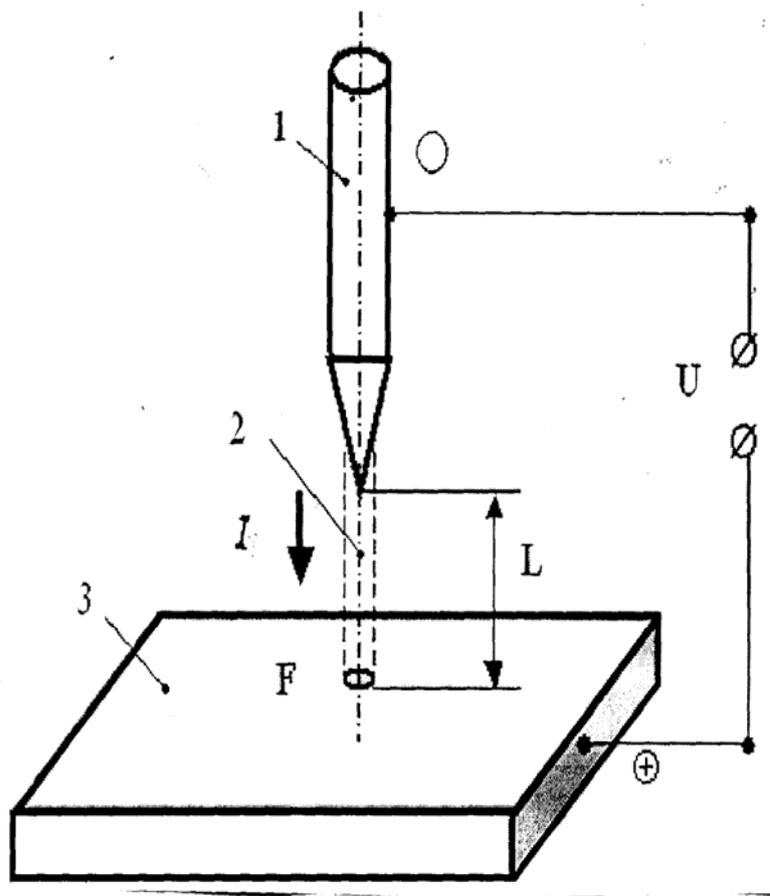


Рис. 2.16. Схема протекания туннельного тока между зондом и объектом:

1 – зонд; 2 – пучок электронов; 3 – объект (образец); U – разность потенциалов между зондом и объектом; I_T – туннельный ток; L – расстояние между зондом и объектом; F – площадь туннельного контакта

В процессе сканирования игла движется вдоль образца, туннельный ток поддерживается стабильным за счет действия обратной связи, и удли-

нение следящей системы меняется в зависимости от топографии поверхности. Такие изменения фиксируются, и на их основе строится карта высот. Чтобы изобразить «контурную карту» поверхности, можно либо следить за колебаниями туннельного тока, протекающего через микроскоп, либо, поддерживая ток постоянным, следить за перемещениями иглы вверх – вниз при сканировании. Эти перемещения повторяют рельеф поверхности. Практически, однако, удобнее измерять вариации электрического напряжения, которое подается на пьезоэлемент, удерживающий иглу на фиксированном расстоянии от исследуемой поверхности. Любое изменение этого расстояния вызывает либо уменьшение, либо увеличение управляющего напряжения. Это и дает информацию о рельефе поверхности, которую легко можно ввести в ЭВМ, передать по каналам связи, вывести на экран дисплея и на другие периферийные устройства. Изображение атомного рельефа поверхности получается весьма наглядным.

При работе СТМ расстояние между объектом и зондом $L \approx 0,3 \dots 1 \text{ нм}$, поэтому вероятность нахождения между ними молекул воздуха при нормальных атмосферных условиях очень мала, т.е. протекание туннельного тока происходит в «вакууме». Окружающая среда влияет только на чистоту исследуемой поверхности, определяя химический состав адсорбционных слоев и окисление ее активными газами атмосферы. Отсюда вытекает важный для фактического применения принцип работы СТМ: для работы сканирующего туннельного микроскопа вовсе не требуется высокий вакуум, как для электронных микроскопов других типов.

Существуют два основных способа манипуляции атомами с помощью иглы СТМ: горизонтальный и вертикальный. При вертикальной манипуляции после захвата нужный атом отрывают от поверхности, поднимая зонд на несколько ангстрем. Отрыв атома от поверхности контролируют по скачку тока. Разумеется, отрыв и перетаскивание атома требует больших усилий, чем просто его «перекатывание» по поверхности, как при горизонтальной манипуляции, но зато потом процесс переноса не зависит от встречающихся на поверхности препятствий (ступеней, ям, адсорбированных атомов). После перемещения в необходимое место атом «сбрасывают», приближая острие к поверхности и переключая напряжение на игле.

Игла-зонд сканирует поверхность с некоторым зазором. Как показано выше, если к образуемому зазору прикладывается разность потен-

циалов, – возникает туннельный эффект. Измерение изменяющегося туннельного тока позволяет определить топографию поверхности.

Туннельный ток определяется как

$$I = 10 \exp \left[- C(\varphi Z)^{1/2} \right],$$

где $C = 10,25 \text{ эВ}^{-1/2} \text{ нм}^{-1}$ - постоянная;

φ - высота потенциального барьера (обычно $\varphi = 4 \text{ эВ}$), эВ;

$Z = (0,5 - 1,0) \text{ нм}$ - расстояние между электродами.

Экспоненциальная зависимость туннельного тока I от величины Z определяет высокую чувствительность измерений. Считается, что с помощью туннелирования можно измерить объекты размером до 0,001 нм.

Как известно, полная энергия частицы E представляет собой сумму потенциальной и кинетической энергии. Если потенциальная энергия в некоторой области принимает вид:

$$U(x) = \begin{cases} 0, & x < 0 \\ U_0, & 0 < x < a, \\ 0, & x > a \end{cases}$$

а полная энергия $E < U_0$, то в этом случае говорят, что частица находится в области потенциального барьера. В классической механике частица с такой энергией не может преодолеть барьер и отражается от него. В квантовой механике существует определенная вероятность прохождения частицы через барьер, то есть частица может «туннелировать» сквозь него. Если эта вероятность достаточно большая, тогда говорят, что барьер туннельно-прозрачный.

Принцип работы СТМ основан на явлении туннелирования электронов через узкий зазор между металлическим зондом и проводящим образцом во внешнем электрическом поле (рис. 2.17). В

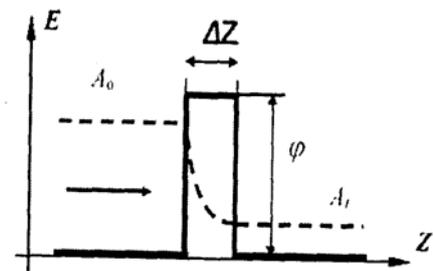
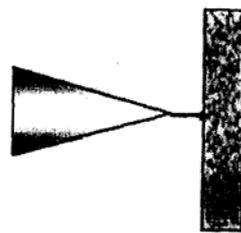


Рис. 2.17. Схема туннелирования электронов через потенциальный барьер в туннельном микроскопе

СТМ зонд подводится к поверхности образца на расстояние в несколько ангстрем. При этом образуется туннельно-прозрачный потенциальный барьер шириной ΔZ , высота которого определяется в основном значениями работы выхода электронов из материала зонда P_p и образца P_s . В рамках

качественного рассмотрения барьер можно считать прямоугольным с эффективной высотой, равной средней работе выхода материалов:

$$P = \frac{1}{2}(P_p + P_s) .$$

Экспоненциальная зависимость туннельного тока от расстояния позволяет осуществлять регулирование расстояния между зондом и образцом в туннельном микроскопе с высокой точностью. СТМ представляет собой

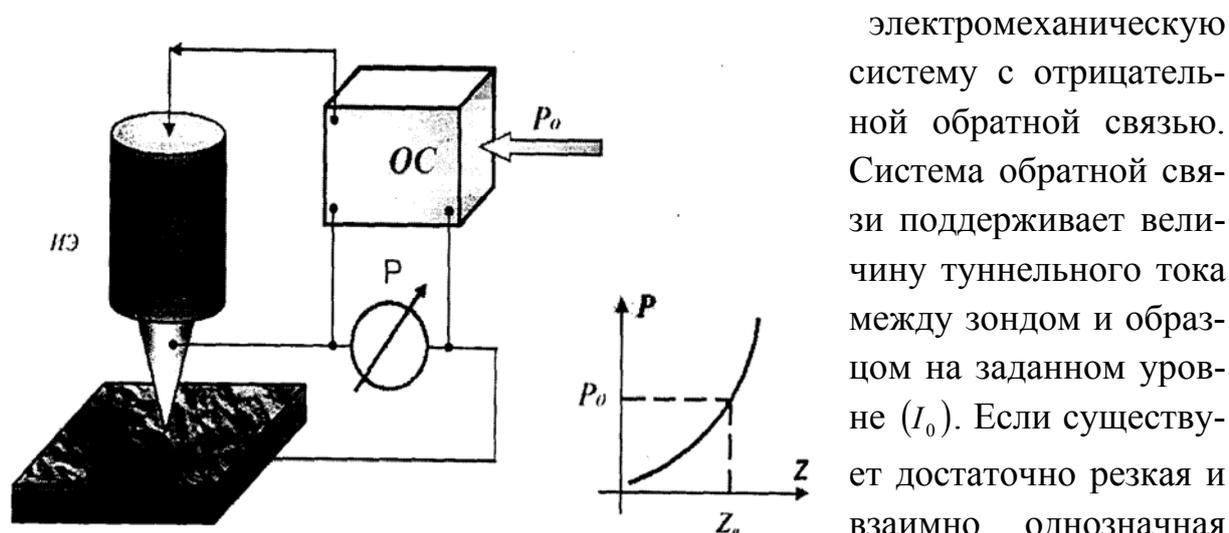


Рис. 2.18. Схема системы обратной связи зондового микроскопа

электромеханическую систему с отрицательной обратной связью. Система обратной связи поддерживает величину туннельного тока между зондом и образцом на заданном уровне (I_0). Если существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость параметра P от расстояния зонд – образец $P = P(z)$, то

данный параметр может быть использован для организации системы обратной связи (ОС), контролирующей расстояние между зондом и образцом. На рис. 2.18 схематично показан общий принцип организации обратной связи сканирующего зондового микроскопа.

Система обратной связи поддерживает значение параметра P постоянным, равным величине P_0 , задаваемой оператором. Если расстояние зонд – поверхность изменяется (например увеличивается), то происходит изменение (увеличение) параметра P . В системе ОС формируется разностный сигнал, пропорциональный величине $P - P_0$, который усиливается до нужной величины и подается на исполнительный элемент (ИЭ). Исполнительный элемент обрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или отодвигая его до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. Таким образом, можно поддерживать расстояние зонд – образец с высокой точностью. В существующих зондовых микроскопах точность удержания расстояния зонд – поверхность достигает ве-

личины $\sim 0,01$ А. При перемещении зонда вдоль поверхности образца происходит изменение параметра взаимодействия P , обусловленное рельефом поверхности. Система ОС обрабатывает эти изменения, так что при перемещении зонда в плоскости X , Y сигнал на исполнительном элементе оказывается пропорциональным рельефу поверхности.

Для получения СЗМ изображения осуществляют специальным образом организованный процесс сканирования образца. При сканировании зонд вначале движется над образцом вдоль определенной линии (строчная развертка), при этом величина сигнала на исполнительном элементе, пропорциональная рельефу поверхности, записывается в память компьютера. Затем зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования, и процесс повторяется вновь. Записанный таким образом при сканировании сигнал обратной связи обрабатывается компьютером, и затем СЗМ изображения рельефа поверхности $Z=f(x,y)$ строится с помощью средств компьютерной графики. Наряду с исследованием рельефа поверхности, зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и многие другие.

Контроль величины туннельного тока, а, следовательно, и расстояния зонд – поверхность осуществляется посредством перемещения зонда вдоль оси Z с помощью пьезоэлектрического элемента.

Любой механический привод весьма груб, поэтому перемещениями иглы на субатомные расстояния управляют с помощью пьезоэффекта. Керамическая пьезотрубка при подаче на ее электроды управляющего напряжения меняет свою форму и размеры, что позволяет в зависимости от сигнала перемещать иглу по трем координатам. Насколько велика чувствительность микроманипулятора, можно судить по таким цифрам: при изменении напряжения на 1 В игла смещается на величину порядка двух-трех нанометров. Ведя таким образом иглу над поверхностью рельефа, довольно просто получить серию электрических кривых, которые с высокой степенью точности будут описывать характер поверхности. Воочию ее можно увидеть на экране персонального компьютера, подсоединенного к туннельному микроскопу.

В сканирующей зондовой микроскопии широкое распространение получили трубчатые пьезоэлементы (рис. 2.19). Они позволяют получать достаточно большие перемещения объектов при относительно небольших

управляющих напряжениях. Трубочатые пьезоэлементы представляют собой полые тонкостенные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических



материалов. Обычно электроды в виде тонких слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубы, а торцы трубки остаются непокрытыми. Под действием разности потенциалов между внутренним и

Рис. 2.19. Трубочатый пьезоэлемент

внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры.

Абсолютное удлинение пьезотрубки равно:

$$\Delta x = d \frac{l_0}{h} V,$$

где h - толщина стенки трубки;

l_0 - длина трубки в недеформированном состоянии;

V - разность потенциалов между внутренним и внешним электродами;

d - диаметр трубки.

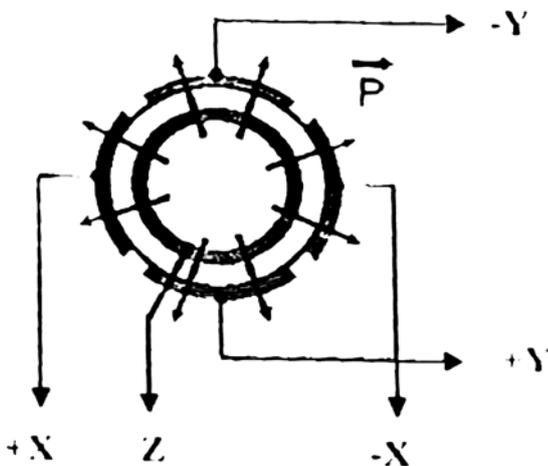


Рис. 2.20. Схема расположения электродов трубочатого пьезоэлемента

Таким образом, при одном и том же напряжении V удлинение трубки будет тем больше, чем больше ее длина и чем меньше толщина ее стенки.

На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии наиболее широко используются сканеры, изготовленные на основе одного трубочатого элемента. Схема расположения электродов представлена на рис. 2.20. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации. Внутренний электрод обычно сплошной.

Внешний электрод сканера разделен по образующим цилиндра на четыре секции. При подаче противофазных напряжений на противоположные секции внешнего электрода (относительно внутреннего) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение там, где они направлены в противо-

ложные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Таким образом, осуществляется сканирование в плоскости x, y . Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси z .

Таким образом, можно реализовать трехкоординатный сканер на базе одной пьезотрубки. Реальные сканирующие элементы имеют часто более сложную конструкцию, однако принципы их работы остаются неизменными.

Широкое распространение получили также сканеры на основе биморфных пьезоэлементов. Биморф представляет собой две пластины пьезоэлектрика, склеенные между собой таким образом, что вектора поляризации в каждой из них направлены в противоположные стороны (рис. 2.21).

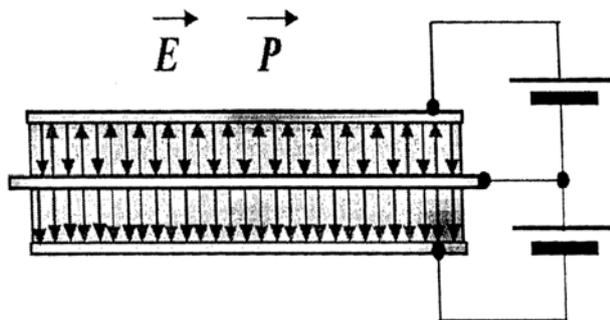


Рис. 2.21. Устройство биморфного пьезоэлемента

Если подать напряжение на электроды биморфа, то одна из пластин будет расширяться, а другая сжиматься, что приведет к изгибу всего элемента. В реальных конструкциях биморфных элементов создается разность потенциалов между внутренним общим и внешними электродами так, чтобы в одном

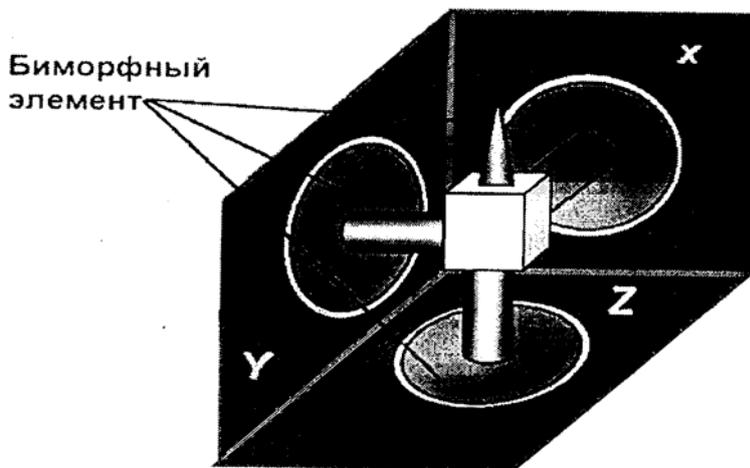


Рис. 2.22. Трехкоординатный сканер на трех биморфных элементах

элементе поле совпадало с направлением вектора поляризации, а в другом было направлено противоположно.

Изгиб биоморфа под действием электрических полей положен в основу работы биоморфных пьезосканеров. Объединяя три биоморфных

элемента в одной конструкции, можно реализовать триод на биоморфных элементах (рис. 2.22).

В зависимости от измеряемого параметра – туннельного тока или расстояния между иглой и поверхностью – возможны два режима работы сканирующего туннельного микроскопа. В режиме постоянной высоты острие иглы перемещается в горизонтальной плоскости над образцом, а

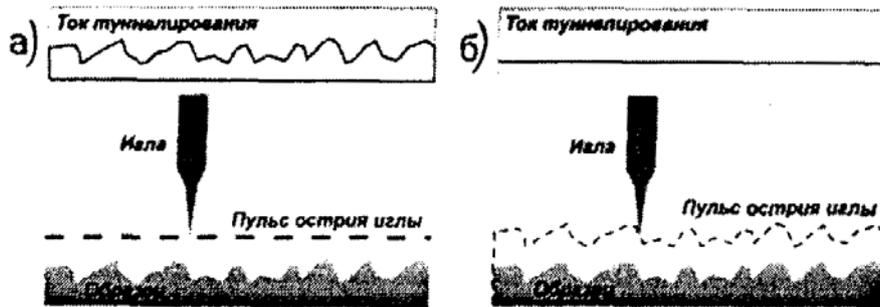


Рис. 2.23. Режимы работы СТМ

ток туннелирования изменяется в зависимости от расстояния до него (рис. 2.23, а). Информационным сигналом в этом случае является

величина тока туннелирования, измеренная в каждой точке сканирования поверхности образца. На основе полученных значений туннельного тока строится образ топографии. В режиме постоянного тока система обратной связи микроскопа обеспечивает постоянство тока туннелирования путем подстройки расстояния «игла-образец» в каждой точке сканирования (рис. 2.23, б). Она отслеживает изменения туннельного тока и управляет напряжением, приложенным к сканирующему устройству, таким образом, чтобы компенсировать эти изменения. Другими словами, при увеличении тока система обратной связи отдаляет зонд от образца, а при уменьшении – приближает его. В этом режиме изображение строится на основе данных о величине вертикальных перемещений сканирующего устройства. Оба режима имеют свои достоинства и недостатки. В режиме постоянной высоты можно быстро получить результаты, но только для относительно гладких поверхностей. В режиме постоянного тока можно с высокой точностью измерять нерегулярные поверхности, но измерения занимают больше времени.

При исследовании атомарно гладких поверхностей часто более эффективным оказывается получение СТМ изображения поверхности по методу постоянной высоты $Z = const$. В этом случае зонд перемещается над поверхностью на расстоянии нескольких ангстрем, при этом изменения туннельного тока регистрируются в качестве СТМ изображения поверхности. Сканирование производится либо при отключенной ОС, либо со ско-

ростями, превышающими скорость реакции ОС, так что ОС отрабатывает только плавные изменения рельефа поверхности. В данном способе реализуются очень высокие скорости сканирования и высокая частота получения СТМ изображений, что позволяет вести наблюдение за изменениями, происходящими на поверхности, практически в реальном времени.

Высокое пространственное разрешение СТМ определяется экспоненциальной зависимостью туннельного тока от расстояния до поверхности. Разрешение в направлении по нормали к поверхности достигает долей нанометра. В боковых направлениях разрешение зависит от качества зонда и определяется в основном, не макроскопическим радиусом кривизны кончика острия, а его атомарной структурой. При правильной подготовке зонда на его кончике с большой вероятностью находится либо одиночный выступающий атом, либо небольшое скопление атомов, размеров много меньших, чем характерный радиус кривизны острия. Действительно, туннельный ток протекает между поверхностными атомами образца и атомами зонда.

Атом, выступающий над поверхностью зонда, находится ближе к поверхности на расстояние, равное величине периода кристаллической решетки. Поскольку зависимость туннельного тока от расстояния экспоненциальная, то ток в этом случае течет в основном между

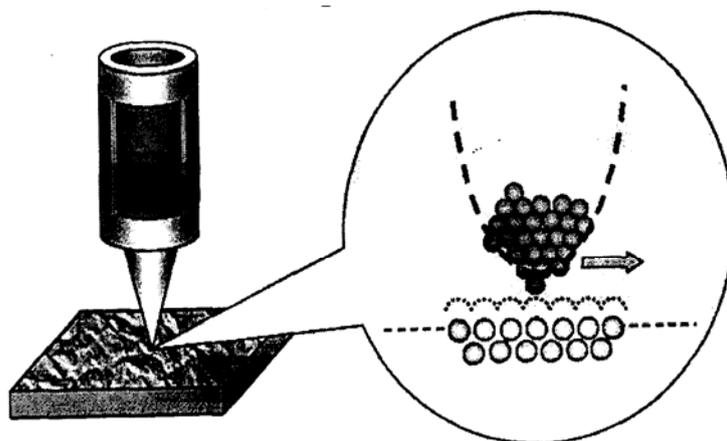


Рис. 2.24. Реализация атомарного разрешения в СТМ

поверхностью образца и выступающим атомом на кончике зонда (рис. 2.24). С помощью таких зондов удается получать пространственное разрешение вплоть до атомного размера.

Интерес к СТМ объясняется его уникальным разрешением, позволяющим проводить исследования на атомном уровне. При этом для работы микроскопа не обязательно требуется высокий вакуум, в отличие от электронных микроскопов других типов. Все СТМ можно разделить на две основные группы: работающие на воздухе (или в другой среде) и в условиях сверхвысокого вакуума. Выделяют также низкотемпературные СТМ, работающие в условиях криогенных температур.

Сканирующие зондовые микроскопы позволяют осуществлять три способа исследования поверхностей, такие как:

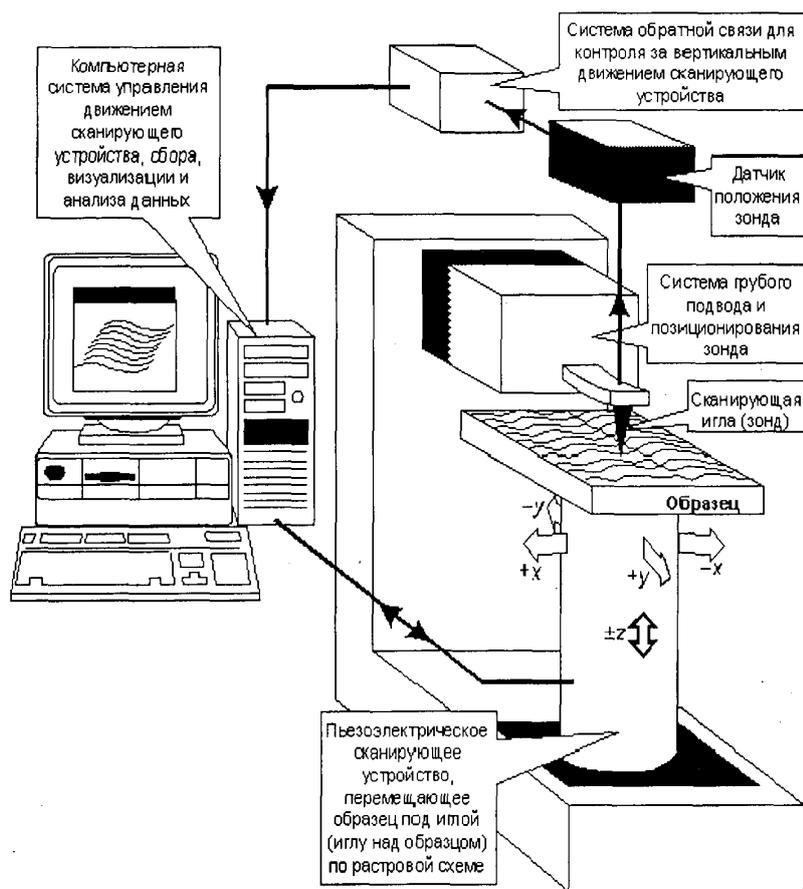


Рис. 2.25. Обобщенная структурная схема сканирующего зондового микроскопа

- сканирующая туннельная микроскопия (СТМ);
- сканирующая силовая микроскопия (ССМ);
- ближкопольная сканирующая микроскопия (БСМ).

Несмотря на большое многообразие видов и применений современных зондовых сканирующих туннельных микроскопов, в основе их работы заложены сходные принципы и конструкции мало различаются между собой. На рис. 2.25 приведена обобщенная схема такого микроскопа.

Принцип его работы заключается в следующем. С помощью системы грубого позиционирования измерительный зонд подводится к поверхности исследуемого образца. При приближении образца и зонда на расстояние менее сотен *нм* последний начинает взаимодействовать с поверхностными структурами анализируемой поверхности. Перемещение зонда вдоль поверхности образца осуществляется с помощью сканирующего устройства, которое обеспечивает сканирование поверхности иглой зонда. Обычно оно представляет собой трубку из пьезокерамики, на поверхность которой нанесены три пары разделенных электродов. Под действием приложенных к пьезотрубке напряжений U_x и U_y она изгибается, обеспечивая тем самым перемещение зонда относительно образца по осям X и Y , под действием напряжения U_z – сжимается или растягивается, что позволяет изменять расстояние игла – образец.

Датчик положения зонда непрерывно отслеживает позицию зонда относительно образца и через систему обратной связи передает данные о ней в компьютерную систему, управляющую движением сканера. Для регистрации сил взаимодействия зонда с поверхностью обычно используют метод, основанный на регистрации отклонения луча полупроводникового лазера, отраженного от кончика зонда. В микроскопах такого типа отраженный пучок света падает в центр двух- или четырехсекционного фотодиода, включенного по дифференциальной схеме. Дифференциальный метод регистрации отклонения отраженного лазерного луча позволяет регистрировать отклонение консоли величиной всего 10 – 20 нм. Компьютерная система служит, кроме управления сканером, также для обработки данных от зонда, анализа и отображения результатов исследования поверхности.

Пьезоэлектрические двухкоординатные манипуляторы перемещают зонд вдоль поверхности образца, формируя растр наподобие того, как это делается в электронном микроскопе. При этом параллельные строки раstra отстоят друг от друга на доли нанометра. Если бы кончик зонда не повторял профиль поверхности, то туннельный ток менялся бы в очень широких пределах, увеличиваясь в те моменты, когда зонд проходит над выпуклостями (например над атомами на поверхности), и уменьшаясь до ничтожно малых значений при прохождении зазоров между атомами. Однако зонд заставляют двигаться вверх и вниз в соответствии с рельефом поверхности. Осуществляется это с помощью механизма обратной связи, который улавливает начинающееся изменение туннельного тока и изменяет напряжение, прикладываемое к третьему манипулятору, который двигает зонд в направлении, перпендикулярном поверхности, таким образом, чтобы величина туннельного тока не менялась, т.е. чтобы зазор между зондом и объектом оставался постоянным. По изменению напряжения на третьем зонде компьютер строит трехмерное изображение поверхности. При этом разрешающая способность микроскопа достигает атомного уровня, т.е. могут быть видны отдельные атомы, размеры которых составляют 0,2 нм.

Вообще СТМ можно рассматривать как сочетание трех концепций: сканирования, туннелирования и локального зондирования. Само сканирование как средство отображения объекта широко применяется и в других типах микроскопов, например в растровом электронном микроскопе, а также в телевизионной технике, а электронное туннелирование с успехом использовалось для изучения физических свойств твердого тела задолго до

появления СТМ (как и контактная спектроскопия). Все это делает СТМ уникальным микроскопом, который не содержит линз (а значит, изображение не искажается из-за aberrаций), энергия электронов, формирующая изображение, не превышает нескольких электронвольт (то есть меньше энергии типичной химической связи), что обеспечивает возможность неразрушающего контроля объекта, тогда как в электронной микроскопии высокого разрешения она достигает нескольких килоэлектронвольт и даже мегаэлектронвольт, вызывая образование радиационных дефектов.

СТМ позволяет визуализировать области высокой электронной плотности и, следовательно, выводить положение индивидуальных атомов и молекул на поверхности решетки. Чувствительность и локальность метода СТМ на порядок превышают аналогичные параметры других методов, но при этом СТМ обладает существенным недостатком: все исследуемые образцы должны быть проводящими, что неприемлемо при исследовании материалов и структур, содержащих диэлектрические слои.

2.3.3. Атомно-силовой микроскоп (АСМ)

Основной недостаток СТМ – работа только с токопроводящими поверхностями – был устранен в конце 1986 года, когда Биннинг, Квант и Гербер предложили конструкцию прибора нового поколения, который тоже позволяет исследовать поверхности с беспрецедентной детальностью, но уже вовсе не обязательно электропроводящие. Новый прибор был назван атомным силовым микроскопом (АСМ). Первый промышленный АСМ был изготовлен в США фирмой «Digital Instruments» в 1989 году.

Атомно-силовой микроскоп (англ. AFM – *atomic force microscope*) – сканирующий зондовый микроскоп высокого разрешения, основанный не на туннельном эффекте как в СТМ, а на силовом взаимодействии иглы кантилевера (зонда) с поверхностью исследуемого образца. Обычно под взаимодействием понимают притяжение или отталкивание кантилевера от поверхности из-за сил Ван-дер-Ваальса, т.е. сил межмолекулярного взаимодействия. При использовании специальных кантилеверов можно изучать также электрические и магнитные свойства поверхности. В отличие от СТМ, атомно-силовой микроскоп позволяет исследовать как проводящие, так и непроводящие поверхности даже через слой жидкости, что позволяет работать с органическими молекулами (ДНК). Пространственное разреше-

ние АСМ зависит от размера кантилевера и кривизны его острия. Разрешение достигает атомного по горизонтали и существенно превышает его по вертикали.

Принцип действия атомного АСМ основан на использовании сил атомных связей, действующих между атомами вещества. На малых расстояниях между двумя атомами (около одного ангстрема) действуют силы отталкивания, а на больших – силы притяжения. Совершенно аналогичные силы действуют и между любыми сближающимися телами. В сканирующем атомном силовом микроскопе такими телами служат исследуемая поверхность и скользящее острие.

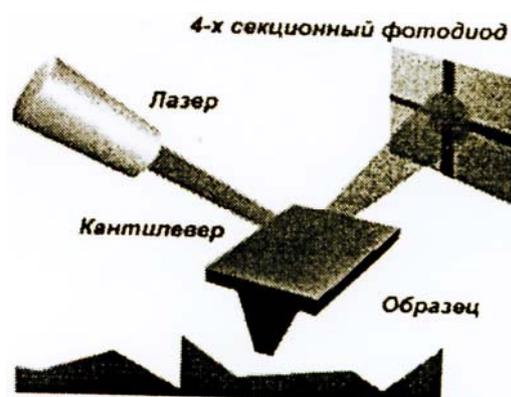


Рис. 2.26. Регистрация отклонения лазерного луча в АСМ

Схема АСМ приведена на рис. 2.26. Для создания изображения (рельефа) поверхности образца АСМ использует зонд с наконечником в виде острой иглы), который контактирует с образцом. Игла изготавливается из различных материалов (например, кремния или нитрида кремния) с радиусом кривизны 10 нм для Si и 20-60 нм для Si_3N_4 . Она прикреплена к гибкой консоли (кантилеверу), которая нагружается внешней силой со стороны закрепленного конца для создания определенного контактного давления. Игла огибает профиль поверхности образца, перемещаемого в горизонтальной плоскости с помощью пьезоманипулятора по двум взаимно-перпендикулярным осям. При движении иглы ее верхний конец (свободный конец кантилевера) отклоняется по закону Гука. Это отклонение измеряется благодаря фиксации изменения (от некоторого нулевого) положения луча лазера, отражаемого от зеркала на конце кантилевера и принимаемого с помощью четырехсекментного массива фотодиодов (МФД).

Отклонение может быть вызвано механической контактной силой, силами атомного и молекулярного взаимодействия (силами Кулона и Ван-дер-Ваальса), капиллярными силами, силами электростатического взаимодействия, магнитными силами (характерными для магнитосилового микроскопа) и т.д. В соответствии с этими вариантами возможны разные типы консолей. Методы измерения отклонения консоли при этом могут

быть основаны на емкостных, резистивных, кондуктивных (на основе проводимости), магнитных, интерференционных и других типах датчиков.

Сигнал с МФД обрабатывается компьютером, который формирует сигнал обратной связи, подаваемый на пьезокерамический манипулятор, для регулировки расстояния между концом зонда (иглы) и образцом с целью поддержать постоянство силы взаимодействия между иглой и образцом. Уровень этой силы можно менять, используя консоли различной жесткости, что особенно важно в биологических приложениях АСМ.

В АСМ использован принцип «оптического рычага». При прогибе (изгибе) консоли пучок лазерного излучения отражается и попадает на фотодиод.

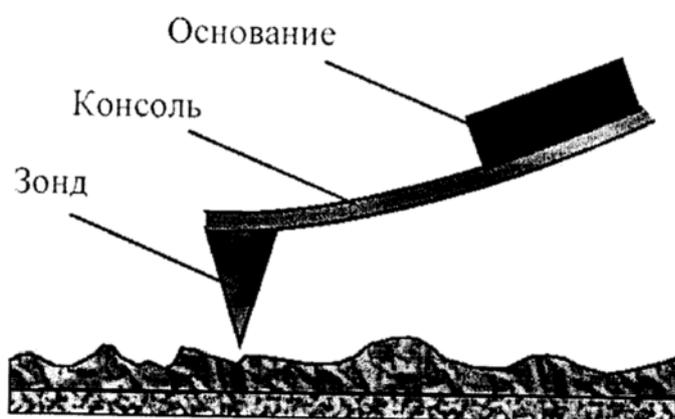


Рис. 2.27. Схематическое изображение зондового датчика АСМ – кантилевера

Разность сигналов позволяет измерить изменения прогиба консоли. Поскольку изгиб консоли подчиняется закону Гука для малых перемещений, можно определить силу взаимодействия между острием и поверхностью образца. В качестве датчика в АСМ могут использоваться любые особо точные и чувствительные – прецизионные –

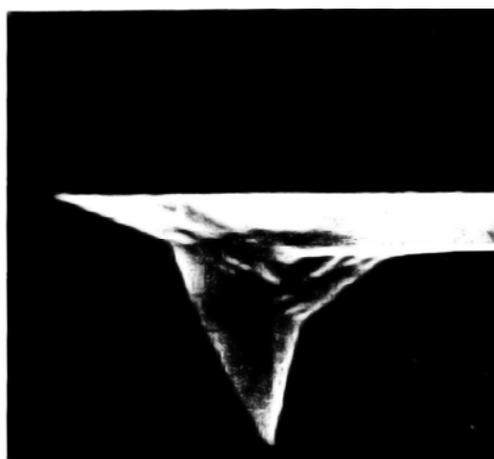
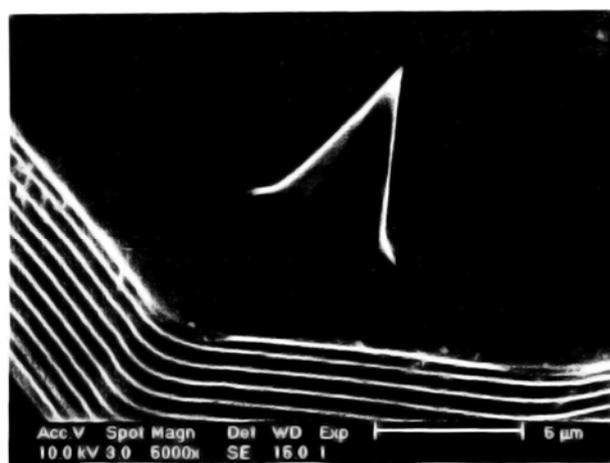


Рис. 2.28. Некоторые разновидности игл кантилеверов

измерители перемещений, например, оптические, емкостные или туннельные датчики. Величина отклонения упругого элемента (пружинки) несет

информацию о высоте рельефа – топографии поверхности и, кроме того, об особенностях межатомных взаимодействиях. Принципы прецизионного управления, основанного на обратной связи и улавливающего самые ничтожные изменения рельефа поверхности, в СТМ и АСМ практически одинаковы.

Один из основных и общих элементов конструкции сканирующих зондовых микроскопов – кантилевер (консоль, кронштейн – зондовый). Это датчик в виде крошечной балки (рис. 2.27) толщиной от 0,1 до 5 мкм, шириной от 10 до 40 мкм и длиной от 100 до 200 мкм. На конце полоски – игла с острием, радиус закругления которого порядка одного нанометра (рис. 2.28). Кантилеверы изготавливают из кремния или нитрида кремния, а острие – из этих же материалов или алмаза. Сила взаимодействия расположенных на поверхности атомов и наконечника вызывает отклонения последнего. Для регистрации отклонений используется сфокусированный на консоли (кантилевере), в которой закреплен наконечник, лазерный пучок. Отраженный консолью пучок воспринимается приемником излучения.

По мере приближения иглы к поверхности ее атомы все сильнее притягиваются к атомам образца. Сила притяжения будет возрастать пока игла и поверхность не сблизятся настолько, что их электронные облака начнут отталкиваться электростатически. При дальнейшем сближении электростатическое отталкивание экспоненциально ослабляет силу притяжения. Эти силы уравниваются на расстоянии между атомами около 0,2 нм.

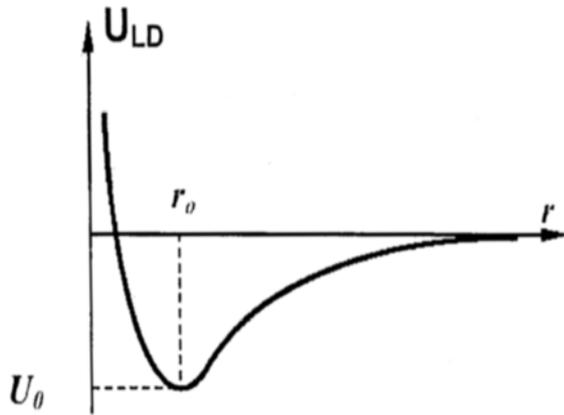
Подобно СТМ в АСМ сканирование поверхности может происходить двумя способами: сканирование кантилевером (зондом) и сканирование подложкой. В первом случае вдоль исследуемой поверхности движется кантилевер, во втором относительно неподвижного кантилевера движется сама подложка.

Для регистрации сил взаимодействия зонда с поверхностью обычно используют метод, основанный на регистрации отклонения лазерного луча, отраженного от кончика зонда. Луч направляется на самый кончик кантилевера, покрытый специальным алюминиевым зеркальным слоем, после чего попадает в специальный четырехсекционный фотодиод.

Таким образом, малейшие отклонения кантилевера приводят к смещению луча лазера относительно секций фотодиода, что, в свою очередь, меняет сигнал с фотодиода, показывающего смещения кантилевера в ту или иную сторону. Такая система позволяет измерять отклонения луча на

угол 0,1", что соответствует отклонению кантилевера всего на сотые доли нанометра.

Качественно работу АСМ можно пояснить на примере сил Ван-дер-Ваальса. Наиболее часто энергию Ван-дер-Ваальсова взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии r друг от друга, аппроксимируют степенной функцией-потенциалом Леннарда-Джонса U_{LD} (рис. 2.29):



$$U_{LD}(r) = U_0 \left\{ -2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 + \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\}.$$

Первое слагаемое в данном выражении описывает дальнедействующее притяжение, обусловленное в основном диполь-дипольным взаимодействием атомов. Второе слагаемое учитывает отталкивание атомов на малых расстояниях. Параметр r_0 – равновесное расстояние между атомами, U_0 – значение энергии в минимуме.

Рис.2.29. Качественный вид потенциала Леннарда-Джонса

Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более сложный характер (см. ниже рис. 2.34), однако основные черты данного взаимодействия сохраняются – зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых. Получение АСМ изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли зондового датчика. В атомно-силовой микроскопии для этой цели широко используются оптические методы (рис. 2.30).

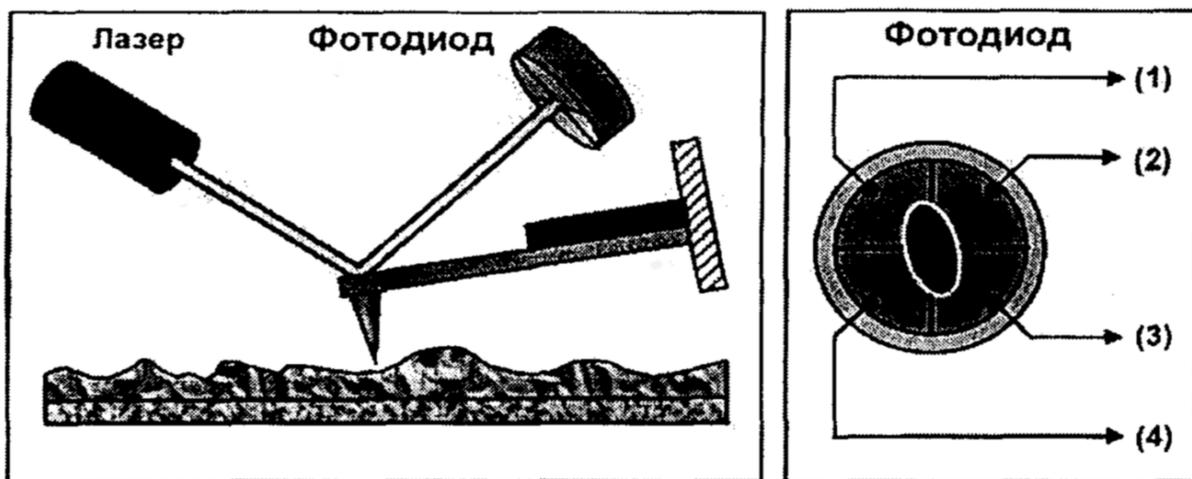


Рис. 2.30. Схема оптической регистрации изгиба консоли зондового датчика АСМ

Оптическая система АСМ юстируется таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на консоли зондового датчика, а отраженный пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника. В качестве позиционно-чувствительных фотоприемников применяются четырехсекционные полупроводниковые фотодиоды. Основные регистрируемые оптической системой параметры – это деформации изгиба консоли под действием Z -компонент сил притяжения или отталкивания (F_z) и деформации кручения консоли под действием латеральных компонент сил (F_L) взаимодействия зонда с поверхностью.

Если обозначить исходные значения фототока в секциях фотодиода через $I_{01}, I_{02}, I_{03}, I_{04}$, а через I_1, I_2, I_3, I_4 – значения токов после изменения положения консоли, то разностные токи с различных секций фотодиода будут однозначно характеризовать величину и направление изгиба консоли зондового датчика АСМ. Действительно, разность токов вида

$$\Delta I_z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 - \Delta I_4)$$

пропорциональна изгибу консоли под действием силы, действующей по нормали к поверхности образца (рис. 2.31, а). А комбинация разностных токов вида

$$\Delta I_L = (\Delta I_1 + \Delta I_4) + (\Delta I_2 + \Delta I_3)$$

характеризует изгиб консоли под действием латеральных (боковых) сил (рис. 2.31, б). Величина I_z используется в качестве входного параметра в

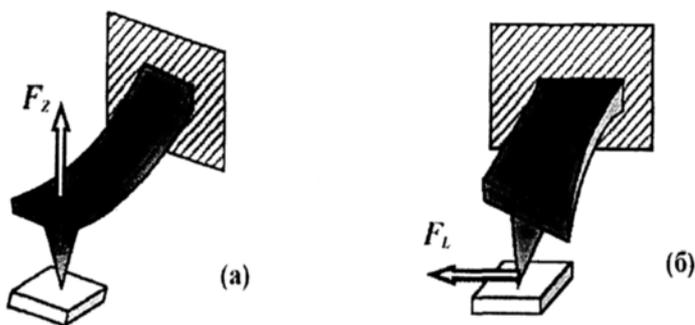


Рис. 2.31. Типы изгибных деформаций консоли зондового датчика

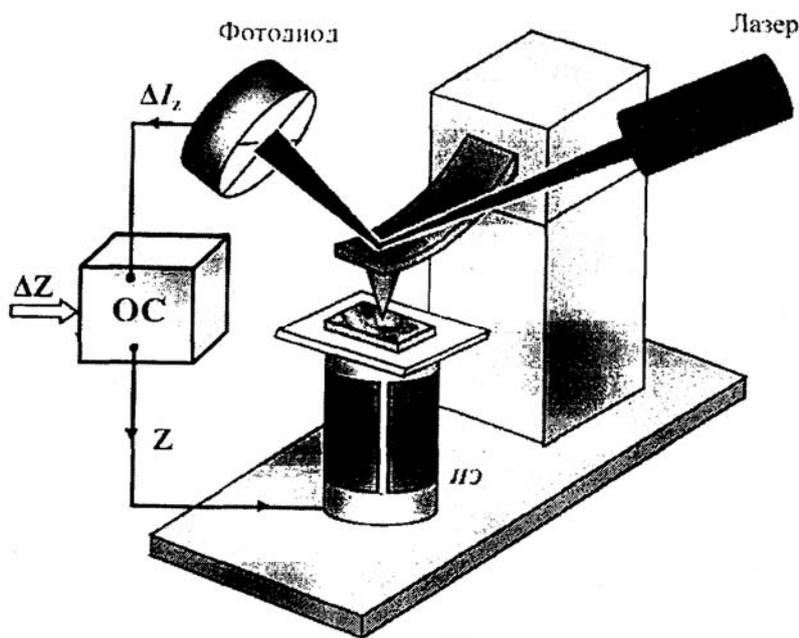


Рис. 2.32. Схема обратной связи в атомно-силовом микроскопе

Рис. 2.31, а). А комбинация разностных токов вида

петле обратной связи атомно-силового микроскопа (рис. 2.32). Система обратной связи (ОС) обеспечивает $I_z = const$ с помощью пьезоэлектрического исполнительного элемента, который поддерживает изгиб консоли ΔZ равным величине ΔZ_0 . При сканировании образца в режиме $Z = const$ зонд перемещается вдоль поверхности, при этом напряжение на Z-электроде сканера записывается в память компьютера в качестве рельефа поверхности $Z = f(x, y)$. Пространственное разрешение АСМ определяется радиусом закругления зонда и чувствительностью системы, регистрирующей отклонение консоли. В настоящее время реализованы конструкции АСМ, позволяющие получать атомарное разрешение при исследовании поверхности образцов.

Препятствие такому разрешению может возникнуть в случае «налипания» атомов поверхностного слоя на иглу кантилевера. Совершенно очевидно, что в процессе сканирования в контакте игла – поверхность из-

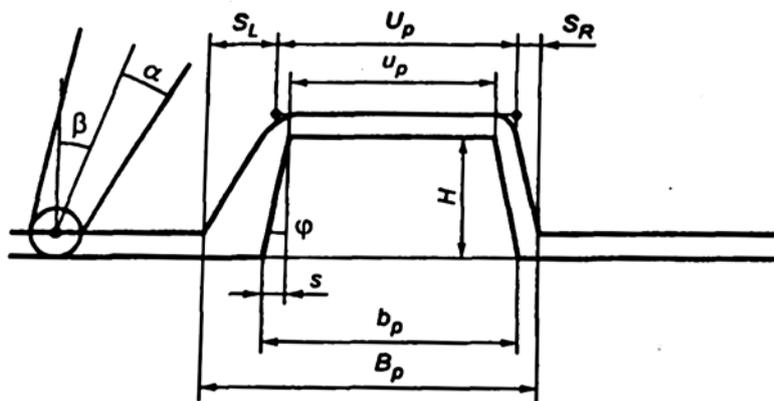


Рис. 2.33. Схема «обкатки» трапецевидного выступа иглой кантилевера

за адгезии (слипания разнородных твердых материалов при их контакте) форма иглы меняется. Если радиус острия иглы превысит поперечный размер поверхностного дефекта, то изображение этого дефекта искажается, а часть информации теряется. Естественно, что

разрешающая способность АСМ увеличивается с уменьшением радиуса острия, причем предел разрешения больше радиуса иглы. Для разрешения тонких деталей изображения требуются максимально острые иглы. В идеале это атомно-острая игла с одним атомом на кончике. Изготовление таких игл и поддержание их в рабочем состоянии требуют большого экспериментального мастерства. Для предотвращения адгезионного взаимодействия иглы должны изготавливаться из максимально тугоплавкового материала, что сопряжено с большими трудностями.

В НИЦПВ проведено исследование взаимодействия кантилевера с наноструктурами [22, 23]. Рассмотрено взаимодействие острия кантилеве-

ра с элементом рельефа в виде выступа поверхности твердого тела, профиль которого имеет форму трапеции с равными боковыми сторонами. Высота рельефа H , угол наклона боковых сторон относительно нормали к поверхности φ , размеры верхнего u_p и нижнего b_p оснований (рис. 2.33) заданы. Сечение острия кантилевера будем характеризовать частью окружности с радиусом R и углом наклона α боковых образующих острия относительно оси симметрии. При этом кантилевер может быть наклонен на угол β относительно нормали к плоскости основания элемента. Предполагается, что ортогональность сканера по оси Z идеальна.

В случае $H > R$ регистрируемая кривая сигнала отклика показана на рис. 2.33 линией, проходящей через центр окружности острия кантилевера. Кривая сигнала отклика по форме близка к трапеции с боковыми сторонами, имеющими разные углы наклона. Приведенные длины U_p и B_p отрезков, характеризующих верхнее и нижнее основания элемента рельефа, будут больше их размеров u_p и b_p на значения Δ_u и Δ_b , определяемые выражениями:

$$\Delta_u = U_p - u_p = R \left(\frac{1 - \sin|\psi|}{\cos|\psi|} + \frac{1 - \sin|\varphi|}{\cos|\varphi|} \right), \quad (2.1)$$

$$\Delta_b = B_p - b_p = R \left(\frac{1 - \sin|\psi|}{\cos|\psi|} + \frac{1 - \sin|\varphi|}{\cos|\varphi|} \right) + H (\operatorname{tg}|\psi| - \operatorname{tg}|\varphi|). \quad (2.2)$$

Здесь угол ψ является углом наклона боковых склонов сигнала относительно нормали к оси развертки. Он определяется выражением

$$\psi = \begin{cases} \alpha + \beta, & \alpha + \beta > \varphi, \\ \varphi, & \alpha + \beta \leq \varphi \end{cases} \quad (2.3)$$

и может быть разным для разных склонов. Необходимо отметить, что в выражениях (2.1 – 2.3) учитываются разные знаки углов φ и ψ наклонов левых и правых сторон выступа и сигнала.

Формулы (2.1) и (2.2) являются поправками, которые необходимо учитывать при измерении размеров верхнего и нижнего оснований выступа по регистрируемому на ССМ сигналу отклика. Если $\psi = \varphi$, то

$$\Delta_u = \Delta_b = U_p - u_p = B_p - b_p = 2R \frac{1 - \sin|\varphi|}{\cos(\varphi)}.$$

Описанная геометрическая модель взаимодействия острия кантилевера с элементом рельефа относится к случаю измерения параметров профиля отдельного выступа на поверхности твердого тела. Теперь рассмот-

рим геометрическую модель взаимодействия острия кантилевера с отдельной впадиной на поверхности твердого тела. Для упрощения анализа примем, что впадина имеет прямоугольный профиль с известной глубиной H и шириной h рельефа.

В случае большой глубины ($H > R$) существуют ограничения, при превышении которых острие не сможет достичь дна элемента рельефа. Простые геометрические расчеты позволяют записать неравенство, при выполнении которого возможно касание плоскости дна канавки:

$$h > h_{\alpha} = H \operatorname{tg}(\alpha + \beta) + 2R.$$

Современные кантилеверы имеют параметры: $\alpha = 10 \dots 25^{\circ}$, $\beta = 0 \dots 20^{\circ}$ и $R = 10 \dots 50 \text{ нм}$. Тогда с таким кантилевером h_{α} будет равна при разных глубинах H значениям, приведенным в табл. 2.1. Из этой таблицы следует, что для окон в металлических или диэлектрических пленках с толщиной H можно измерять их профиль при ширине окна более указанного значения.

Таблица 2.1

Критическая ширина h_{α} прямоугольных канавок глубиной $H > R$ для разных глубин и параметров кантилеверов

H , нм	Ширина h_{α} , нм, при α°			
	10		25	
	R = 10 нм	R = 30 нм	R = 50 нм	K = 100 нм
100	75	115	200	-
200	130	170	300	400
300	190	230	400	500
500	305	345	600	700

В случае мелкого рельефа, когда глубина H канавки меньше радиуса R сферы острия кантилевера, при выполнении неравенства

$$h > h_0 = 2\sqrt{H(2R - H)}$$

можно измерить параметры профиля такого мелкого элемента рельефа поверхности твердого тела: $H/R = 1/2: 1/4: 1/6: 1/8$ при $h_0/R = 1,74: 1,32: 1,10: 0,96$, соответственно.

Силы, возникающие между кантилевером и поверхностью, при разных расстояниях между ними довольно разнообразны:

- при контакте поверхности образца с кантилевером преобладает сила упругого отталкивания, приближенно соответствующая задаче Герца;

- на расстояниях кантилевер – образец порядка нескольких десятков ангстрем главным является межмолекулярное взаимодействие, называемое силой Ван-дер-Ваальса;
- при тех же расстояниях в присутствии жидких пленок большое влияние могут оказывать капиллярные силы и адгезия. Радиус действия капиллярных сил определяется толщиной жидкой пленки;
- при удалении кантилевера от поверхности преобладающим становится электростатическое взаимодействие;
- на зазорах порядка тысячи ангстрем преобладают магнитные силы.

Потенциалы сил F , действующих на различных расстояниях h между образцом и кантилевером, можно получить в виде кривой (рис. 2.34), характеризующей режимы работы атомно-силового микроскопа. При этом в зависимости от расстояния зонд-образец при сканировании различают три режима работы атомно-силового микроскопа: **контактный**, **бесконтактный** и **«полуконтактный»** (промежуточный между контактными и бесконтактными).

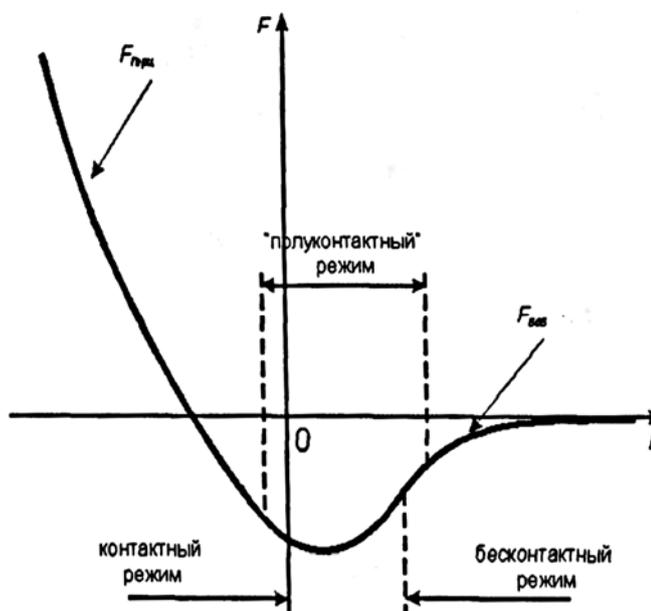


Рис. 2.34. Силы взаимодействия (F_G и F_B) зонда с образцом

В контактном режиме острие зонда непосредственно соприкасается с поверхностью образца в процессе сканирования. В бесконтактном – зонд находится достаточно далеко и не касается поверхности. «Полуконтактный» режим подразумевает частичный контакт. Последние два режима работы АСМ необходимы для реализации модуляционных (или колебательных) методик.

Каждый режим предназначается для решения определенного ряда задач.

Например, существуют три метода измерения рельефа с помощью АСМ:

контактная атомно-силовая микроскопия – измерение топографии поверхности в контактном режиме с силами Герца (F_r);

бесконтактная атомно-силовая микроскопия – измерение топографии поверхности в бесконтактном режиме с силами Ван-дер-Ваальса (F_B);

«**полуконтактная**» **атомно-силовая микроскопия** (или прерывисто-контактная атомно-силовая микроскопия) – в данном случае используется вибрационный режим, при котором колеблющееся острие слегка стучит по поверхности образца. Этот режим называют еще «режимом обстукивания».

В контактных методиках острие зонда находится в непосредственном соприкосновении с поверхностью, при этом силы притяжения и отталкивания, действующие со стороны образца, уравниваются силой упругости консоли. При работе АСМ в таких режимах используются кантилеверы с относительно малыми коэффициентами жесткости, что позволяет обеспечить высокую чувствительность и избежать нежелательного чрезмерного воздействия зонда на образец.

В этом режиме АСМ изображение рельефа исследуемой поверхности формируется либо при постоянной силе взаимодействия зонда с поверхностью (сила притяжения или отталкивания), либо при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью образца. При сканировании образца в режиме $F_z = const$ система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера, а, следовательно,

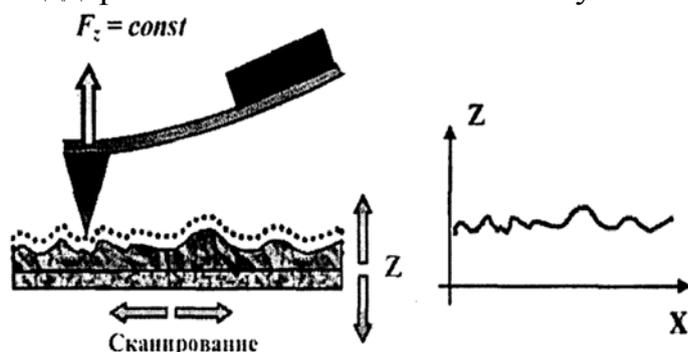


Рис. 2.35. Работа АСМ при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом

и силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 2.35). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подающееся на Z-электрод сканера, будет пропорционально рельефу поверхности образца.

При исследовании образцов с малыми (порядка единиц ангстрем) перепадами высот рельефа часто применяется режим сканирования при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью ($Z = const$). В этом случае зондовый датчик движется на некоторой средней высоте Z_{cp} над образцом (рис. 2.36). При этом в каждой точке регистрируется изгиб консоли ΔZ , пропорциональный силе, действующей на зонд со

При исследовании образцов с малыми (порядка единиц ангстрем) перепадами

стороны поверхности. АСМ изображение в этом случае характеризует пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

Для контактного режима АСМ отталкивающая межатомная сила должна быть уравновешена другими усилиями. Это происходит за счет двух сил – капиллярной и консольной.

Капиллярная сила – это воздействие на острие сканирующей иглы со стороны тонкого слоя влаги и загрязнений, обычно присутствующих на поверхностях, находящихся в обычной среде. Капиллярная сила возникает, когда адсорбированная на поверхности влага приподнимается вокруг острия. Оказываемое на острие сильное притягивающее воздействие (около 10^{-8} Н) удерживает его в контакте с поверхностью. Величина капиллярной силы зависит

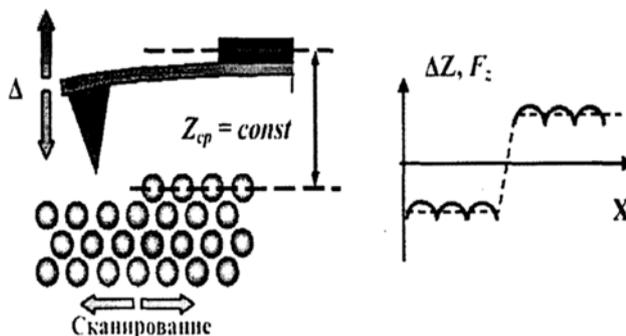


Рис. 2.36. Работа АСМ при постоянном расстоянии между зондом и образцом

от расстояния между острием и образцом. Ввиду того, что острие находится в контакте с образцом, капиллярная сила должна быть постоянной поскольку расстояние между острием и образцом фактически не изменяется. Другое условие, позволяющее считать капиллярную силу постоянной, это предположение о достаточной однородности слоя влаги. Воздействие со стороны самой измерительной консоли подобно усилию в сжатой пружине.

Величина и знак (отталкивающая или притягивающая) «**консольной**» силы зависит от отклонения консоли и ее константы упругости. Сила, прилагаемая измерительной консолью контактного АСМ, в отличие от капиллярной, является переменной.

Общее усилие, прикладываемое со стороны острия сканирующей иглы к образцу это сумма капиллярной и консольной сил. Величина суммарной силы варьируется от 10^{-8} Н (когда измерительная консоль отводится от образца почти с таким же усилием, как вода притягивает острие к его поверхности) до более типичного рабочего диапазона в пределах $10^{-7} \dots 10^{-6}$ Н.

В бесконтактном режиме, также известном как режим притяжения, АСМ отслеживает притягивающие Ван-дер-Ваальсовы силы между острием сканирующей иглы и образцом. Зазор между острием и образцом обыч-

но составляет 5 – 10 нм. На таком расстоянии электронные орбитали атомов острия сканирующей иглы начинают синхронизироваться с электронными орбиталями атомов образца. В результате возникает слабое притяжение, потому что в любой момент времени атомы острия и образца поляризованы в одном и том же направлении. В свободном пространстве эти атомы будут сближаться до тех пор, пока сильное электростатическое отталкивание, описанное выше, не станет преобладающим. Чаще всего бесконтактные АСМ конструируются для работы в динамическом режиме.

Из рис. 2.34 видно, что в области бесконтактной работы АСМ наклон кривой Ван-дер-Ваальсовых сил более пологий, чем в контактной. Такой пологий наклон означает меньшие отклонения измерительной консоли при реакции на изменение величины зазора между острием и образцом. Кроме того, здесь необходимо использовать более жесткую консоль, так как в противном случае острие сканирующей иглы «залипнет» на поверхности образца как только приблизится к ней на достаточно малое расстояние, когда начинают работать силы притяжения. Однако следует учитывать, что жесткая консоль в ответ на малые силы отклоняется меньше, чем мягкая, и поэтому для бесконтактного АСМ должна быть использована более чувствительная схема детектирования. В бесконтактном режиме работы АСМ суммарная сила между острием и образцом небольшая – обычно $\sim 10^{-12}$ Н. Эта малая сила является преимуществом при исследовании мягких и упругих образцов. Еще одно преимущество заключается в том, что такие образцы, как например, кремниевые подложки, не загрязняются при контакте с острием.

При исследовании жестких образцов изображения, полученные в контактном и бесконтактном режимах, могут выглядеть одинаково. Однако если на поверхности жесткого образца лежат, к примеру, несколько монослоев конденсированной влаги, то эти изображения могут значительно различаться. АСМ, работающий в контакте, будет проникать через слой жидкости, отображая нижележащую поверхность, тогда как бесконтактный АСМ будет давать изображение поверхности слоя влаги.

Наряду с описанными, АСМ могут работать и в ряде других режимов.

Измерение боковых сил. Во время сканирования возникает дополнительная крутильная деформация кантилевера. Она обусловлена моментом сил, действующих на острие иглы. Угол кручения при небольших отклонениях пропорционален боковой силе. Латеральные (т.е. боковые) от-

клонения консоли обычно возникают по двум причинам: изменение наклона поверхности и изменение ее фрикционных параметров (коэффициента трения). В первом случае консоль может закручиваться, когда ей по падается постепенный наклон. Во втором случае сканирующая игла, пересекая некоторый участок, может испытать большее трение, вызывая тем самым и большее закручивание измерительной консоли. Чтобы разделить эти два эффекта, АСМ должен «уметь» одновременно считывать данные о латеральном и вертикальном отклонении (т.е. визуализировать топографию). Измерительная система микроскопа позволяет регистрировать кручение кантилевера. Луч лазера, отраженный от кантилевера, получает в этом случае дополнительное смещение в боковом направлении. Для измерения боковых сил АСМ работает в режиме поддержания постоянной силы, т.е. как при снятии топографии. При движении по плоской поверхности, на которой присутствуют участки с разным коэффициентом трения, угол кручения будет изменяться от участка к участку (рис. 2.37). Это позволяет говорить об измерении локальной силы трения. Если присутствует рельеф, то такая интерпретация невозможна. Тем не менее, этот вид измерений позволяет получать изображения и облегчать поиск. В режиме измерения боковых сил легко получать атомарное разрешение на слюде и некоторых других слоистых материалах.

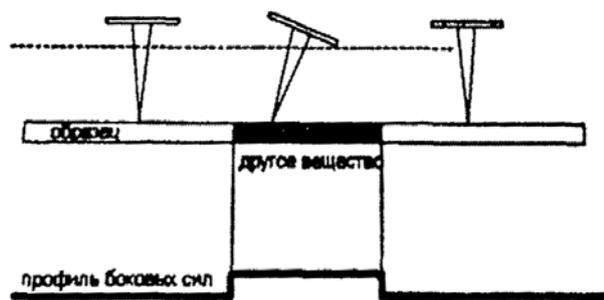


Рис. 2.37. Профиль боковых сил из-за участков поверхности с разными коэффициентами трения

Следует отметить, что при измерении топографии с атомарным разрешением получается атомарный рельеф до нескольких ангстрем, тогда как реальный рельеф составляет доли ангстрема. Такая большая величина рельефа объясняется влиянием крутильной деформации кантилевера из-за неидеальности регистрирующей системы – кручения кантилевера воспринимаются как его продольный изгиб. Это возникает, например, даже при очень небольшом угле поворота фотодиода относительно направления движения луча при продольном изгибе кантилевера.

Существуют даже специальные **латерально-силовые микроскопы** (ЛСМ). ЛСМ – это контактный АСМ, отображающий латеральные (т.е. боковые) отклонения измерительной консоли (закручивание), которые возникают в ней в плоскости, параллельной поверхности образца. С помощью

ЛСМ возможна визуализация изменений поверхностного трения, являющихся результатом неомогенности материала поверхности, а также для получения контрастных изображений любых поверхностей.

Создание ЛСМ связано с возникновением такой области исследований, как нанотрибология: эта технология предоставляет исключительную возможность исследовать процессы трения и изнашивания на молекулярном уровне при взаимодействии как отдельных выступов микрорельефа, так и отдельных атомов или молекул.

Режим спектроскопии. В режиме спектроскопии модулируется туннельное напряжение между образцом и иглой и регистрируется амплитуда отклика туннельного тока на эту модуляцию. При этом постоянная составляющая туннельного напряжения остается неизменной, и обратная связь поддерживает постоянное среднее значение туннельного тока. Таким образом, результат измерения представляет собой производную dI/dU в заданной точке вольт-амперной характеристики. Поскольку форма вольт-амперной характеристики определяется, в первую очередь, энергетическим спектром объемных и поверхностных электронных состояний иглы и образца, этот режим и получил название режима спектроскопии.

В режиме спектроскопии, как и в режиме измерения локальной высоты барьера, важно, чтобы обратная связь успевала с высокой точностью поддерживать постоянным среднее значение I (если усилитель работает не в логарифмическом режиме), поскольку на многих образцах изменение среднего значения I из-за неровностей рельефа может привести к гораздо большим отклонениям амплитуды колебаний туннельного тока, чем изменение свойств поверхности.

Режим измерения жесткости. В режиме измерения локальной жесткости сигнал модуляции подается на обкладки пьезотрубки. При этом игла кантилевера касается поверхности, и вибрация образца передается кантилеверу. Измеряемой величиной является амплитуда колебаний балки кантилевера. Коэффициент передачи колебаний образца в колебания балки кантилевера пропорционален отношению жесткости системы игла – поверхность в данной точке к жесткости балки. В одном предельном случае абсолютно гибкого кантилевера с жесткой иглой на жестком образце, колебания пьезотрубки полностью передаются балке. В другом предельном случае очень жесткого кантилевера гибком или легком деформируемом образце и/или при мягкой игле колебания трубки приводят лишь к деформации поверхности и иглы, тогда как балка остается неподвижной. Следу-

ет помнить, что жесткость системы игла – образец зависит не только от модулей Юнга соприкасающихся поверхностей, но и от геометрии, в частности, от радиусов кривизны. Наибольшая жесткость в области контакта достигается в случае поверхностей равных по величине кривизны, но противоположного знака, т.е. в случае контакта круглого острия иглы с круглой впадиной того же радиуса. Поэтому режим измерения локальной жесткости будет контрастировать ступеньки на образце, показывать небольшие бугорки как области с пониженной жесткостью, даже если они состоят из того же материала, что и весь образец.

Режим снятия изображения сил. Работа АСМ с использованием обратной связи приводит к увеличению уровня шумов, частичной потере информации о топографии поверхности или ограничению скорости сканирования. В некоторых случаях оказывается полезным использование режима сканирования, при котором обратная связь отключается, положение пьезосканера по Z фиксируется, а регистрируемым сигналом становится непосредственно сигнал рассогласования в фотодиоде. Это режим постоянной высоты ($Z=const$). В этом случае сила прижатия кантилевера к поверхности изменяется в процессе сканирования. Однако, если образец достаточно жесткий, получаемое изображение хорошо отражает топографию поверхности. Используя результаты снятия зависимости прогиба кантилевера от расстояния между зондом и образцом, можно пересчитать регистрируемый ток в линейные размеры. Однако нужно помнить, что при больших отклонениях от нулевого положения зависимость разностного сигнала рассогласования от перемещения зонда становится нелинейной. Примерный диапазон линейности зависит от кантилевера: чем короче кантилевер, тем меньше диапазон. Динамика отслеживания поверхности в этом режиме ограничена частотными свойствами кантилевера, а не обратной связи. Резонансные частоты кантилеверов значительно выше характерной частоты обратной связи, которая составляет единицы килогерц. Это дает возможность сканировать с более высокими скоростями.

Режим регистрации ошибки обратной связи. Ошибка обратной связи, возникающая при сканировании в режиме топографии, содержит дополнительную информацию о топографии. Она может быть использована для более точного восстановления рельефа. Однако этот режим можно рассматривать как промежуточный между режимом постоянной силы и постоянной высоты, если отрегулировать скорость отработки обратной

связи так, чтобы она отслеживала пологие изменения рельефа и не успевала отслеживать крутые. Тогда во время пересечения зондом небольших неоднородностей сканирование будет происходить при почти постоянной длине пьезосканера. В результате на изображении будут слабо проявляться медленные изменения рельефа и с высоким контрастом – резкие. Это может быть полезно для отыскания мелких неоднородностей на большом поле на фоне крупных пологих особенностей рельефа.

Укрупненно в отношении возбуждения вынужденных колебаний измерительной консоли АСМ различают основные два режима – **статический** и **динамический**. Если в измерительной консоли АСМ модулируют колебания, то такой режим называют динамическим, в противном случае, – статическим.

В статическом режиме силы взаимодействия между острием иглы и поверхностью образца вызывают отклонение измерительной консоли, изгибая ее до достижения статического равновесия. В процессе сканирования образца (при движении острия над неподвижным образцом или образца под неподвижным острием) АСМ детектирует отклонения консоли, формируя набор данных о топографии одним из двух описанных выше способов: режимом постоянной высоты (его другое название – режим переменного отклонения) и в режиме постоянной силы.

В динамическом режиме система АСМ модулирует механические колебания измерительной консоли на частоте, близкой к резонансной (типичные значения находятся в пределах от 30 до 300 кГц), с амплитудой в несколько нанометров. Величина самой резонансной частоты зависит от прикладываемой внешней силы, и поэтому в процессе приближения острия сканирующей иглы к поверхности образца она изменяется, поскольку при этом изменяется и величина Ван-дер-Ваальсовой силы. Отталкивающая сила стабилизирует упругую реакцию консоли и увеличивает резонансную частоту, тогда как при воздействии притягивающей силы наблюдается обратная картина.

В процессе сканирования образца в динамическом режиме система обратной связи АСМ передвигает сканирующее устройство вверх и вниз, сохраняя либо амплитуду, либо резонансную частоту измерительной консоли постоянной, что позволяет поддерживать постоянным и среднее расстояние между острием и образцом. Как и при работе в статическом режиме постоянной силы, данные о передвижениях сканирующего устройства используются для визуализации топографии. При таком методе измеряется

и визуализируется поверхность постоянного градиента сил. В качестве альтернативного метода можно получать образы поверхности переменного градиента сил, для чего необходимо просто отключить систему обратной связи. Подобно статическому режиму эти два метода обеспечивают, соответственно, легкость восприятия АСМ изображения и высокую скорость сканирования. Чувствительность схемы детектирования в динамическом режиме обеспечивает субангстремное вертикальное разрешение на изображениях.

Для получения изображений поверхности образца можно использовать не только данные о перемещении сканирующего устройства («запись по высоте»), но и об изменении в процессе сканирования амплитуды или частоты колебаний консоли. В случае «записи по амплитуде» или «по частоте» появляется возможность визуализировать распределение механических свойств по поверхности образца, что дает не менее ценную информацию, чем данные о его топографии.

Сравнение основных режимов работы АСМ в их различных комбинациях приведено в табл. 2.2.

Таблица 2.2

Режимы работы атомно-силового микроскопа

Вид режима контактности	Вид режима статичности		
	Статический	Динамический	
Контактный	Преимущества	Высокое латеральное (бокoвое) разрешение. Возможность определять деформацию в системе острие – поверхность	Возможность определять площадь контакта или модуль упругости. Высокое силовое разрешение (~0,001 нН). Незначительный температурный дрейф
	Недостатки	Возможно повреждение поверхности. Низкое силовое разрешение (~1 нН). Подверженность температурному дрейфу	Возможно повреждение поверхности. Модуляция нарушает адгезионное взаимодействие между острием и поверхностью
Бесконтактный	Преимущества	Работа без повреждения поверхности	Работа без посредства поверхности. Высокое силовое разрешение. Незначительный температурный дрейф
	Недостатки	Низкое силовое пространственное разрешение. Подверженность температурному дрейфу	Низкое пространственное разрешение (~10 нм)

Качество результатов, которые можно получить на бесконтактном АСМ, в значительной мере зависит от использования качественной измерительной консоли и сканирующей иглы. Измерительная консоль для бесконтактного режима, как отмечалось, должна быть значительно жестче, чем консоль для контактного АСМ, чтобы в процессе своих осцилляций (колебаний) она случайно не коснулась поверхности. Более того, острая игла для бесконтактного АСМ даже более важна, чем для контактного: при работе в бесконтактном режиме наклон кривой Ван-дер-Ваальсовых сил пологий, поэтому с поверхностью образца будет взаимодействовать большее количество атомов острия.

Режим «обстукивания» по сути является реализацией контактного АСМ в динамическом режиме, образ действия которого подобен бесконтактному, – амплитуда и фаза колебаний кантилевера зависят от степени взаимодействия поверхности и зонда в нижней точке колебаний кантилевера. Поскольку в этой точке колебаний зонд механически взаимодействует с поверхностью, то на изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жесткость поверхности образцов. В режиме «обстукивания» измерительная консоль колеблется на своей резонансной частоте с высокой амплитудой порядка 100 нм. При каждом колебании острие касается образца в своей нижней точке (отсюда термин «режим обстукивания»). При работе в режиме «обстукивания» повреждение образца менее вероятно, чем в контактном, поскольку в процессе перехода к каждой последующей точке сканирования устраняются боковые (латеральные) силы (трение или протягивание) между образцом и острием. Однако вертикальные силы в режиме «обстукивания» должны быть значительно выше, чем капиллярная сила (10^{-8} Н), для того, чтобы дать острию сканирующей иглы возможность проникать внутрь и выходить из водного слоя без задержки. Эта вертикальная сила достаточно велика, чтобы деформировать поверхность мягких и упругих материалов. Поэтому изображения, полученные в режиме «обстукивания», часто представляют собой смесь топографии и упругих свойств поверхности образца.

2.4. Разновидности ближнепольной микроскопии

Микроскопия ближнего поля. Методы исследования и микроскопы, принцип работы которых основан на использовании малой диафрагмы,

обеспечивающей излучение малого диаметра, или зонда, выполняющего ту же роль, близко поднесенных к изучаемому объекту, входят в микроскопию ближнего поля. СТМ и АСМ также относятся к приборам микроскопии ближнего поля, использующим эффект туннелирования электронов для регистрирующего (сенсорного) и управляющего устройств. Использование сенсорных устройств, основанных на других физических принципах, позволяет расширить область применения бурно развивающейся микроскопии ближнего поля. С каждым годом появляются новые конструкции микроскопов.

Ближкопольная (ближнепольная) сканирующая оптическая микроскопия (БСОМ) является особой разновидностью сканирующей зондовой технологии, в которой используется видимый свет. Другое название этой методики – сканирующая световая микроскопия. Традиционно разрешение оптических микроскопов ограничено длиной волны света – примерно половиной микрометра. БСОМ улучшает разрешение оптического микроскопа на порядок и представляет собой сочетание растровой зондовой и оптической микроскопии. Световой пучок подводится с помощью наноразмерного волоконно-оптического наконечника и используется как для возбуждения образца, так и для сбора отраженного им излучения. В результате сканирования либо наконечником, либо предметным столиком с образцом поточечно воспроизводится изображение изучаемого образца (рис. 2.38).

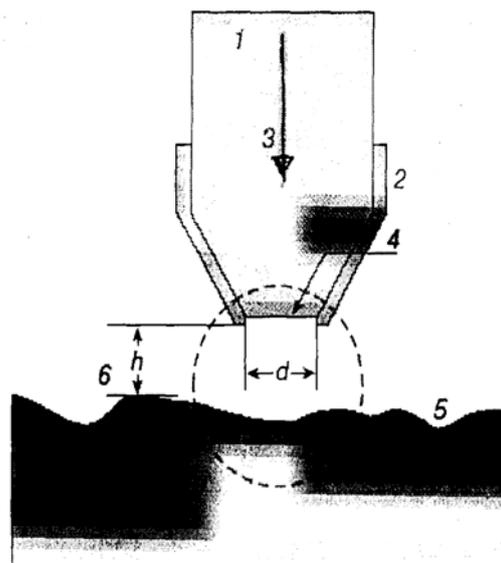


Рис. 2.38. Схема волоконно-оптического ближнепольного зонда: 1 – заостренное оптическое волокно; 2 – металлическое покрытие; 3 – проходящее через зонд излучение; 4 – выходная апертура зонда, $d \ll \lambda$; 5 – поверхность исследуемого образца; 6 – расстояние между исследуемой поверхностью и апертурой зонда, $d \ll \lambda$. Штрихами очерчена область ближнепольного контакта

Отличительным элементом ближнепольных приборов является оптический зонд, обычно представляющий собой заостренное оптическое волокно 1, наружная поверхность которого, за исключением вершины конуса, покрыта непрозрачным слоем металла 2. Зонд формирует «световую

воронку». Видимый свет исходит из узкого конца зонда («световой воронки») диаметром 10 – 30 нм и попадает на детектор либо после отражения от образца, либо пройдя сквозь него. Интенсивность оптического сигнала регистрируется детектором в каждой точке измерений, а набор данных, считанных со всей сканируемой поверхности, составляет БСОМ-образ. С помощью БСОМ можно формировать изображение поверхности в видимом свете с разрешением около 15 нм при условии, что расстояние между источником света и образцом очень мало – ~5 нм.

«Световая воронка» и система поддержания постоянного расстояния между источником света и образцом – это две достаточно «тонкие» части БСОМ. Обычно «световая воронка» изготавливается нагреванием оптического волокна, протяжкой его до малого диаметра с последующим скалыванием с одного конца. После этого на волокно для лучшей светопроводимости наносят слой металла (металлизируют). Другой способ изготовления

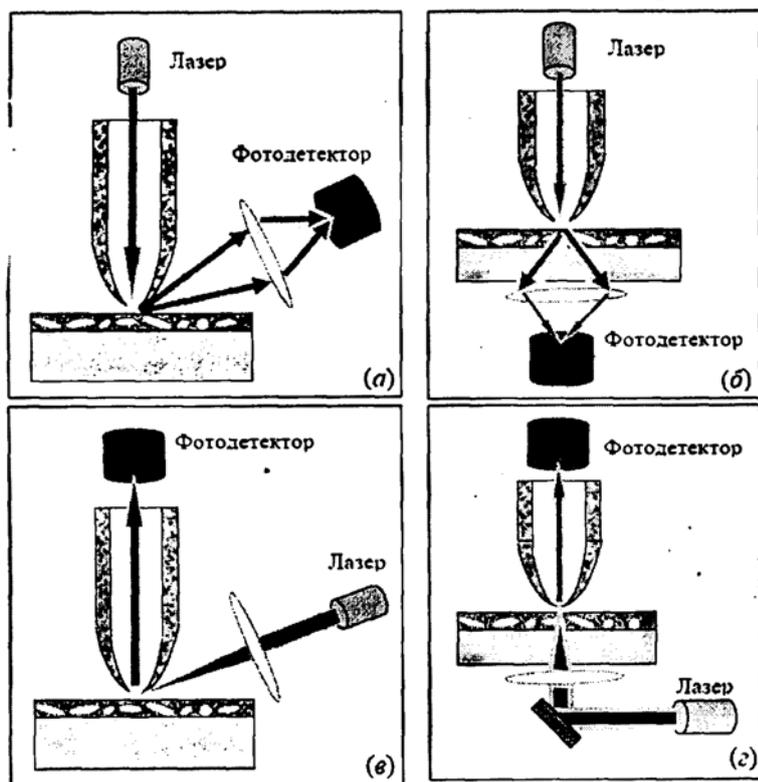


Рис. 2.39. Возможные конфигурации схем ближнепольных оптических микроскопов

В техническом смысле БПО сочетает элементы обычной оптики и сканирующей зондовой микроскопии.

На практике используются несколько конструктивных схем ближнепольного оптического микроскопа. Основные конфигурации БСОМ пока-

«световой воронки» предусматривает высверливание небольшого отверстия в острие пустотелой сканирующей иглы АСМ и направление внутрь нее света. Разработка эффективной «световой воронки» в настоящее время является областью активных исследований.

К настоящему времени создано около 20 типов БСОМ, различающихся особенностями оптической схемы и функциональным назначением зонда.

В техническом смысле БПО сочетает элементы обычной оптики и сканирующей зондовой микроскопии.

заны схематично на рис. 2.39. Наиболее часто реализуется схема, в которой оптическое излучение лазера локализуется в пространстве с помощью волоконного зонда. Такая схема позволяет получить максимальную мощность излучения в области субволнового отверстия и проводить исследования образцов как на отражение (рис. 2.39, а), так и на просвет (рис. 2.39, б). Для увеличения чувствительности излучение, отраженное от образца или прошедшее сквозь образец, собирается на фотоприемнике с помощью фокусирующего зеркала или линзы. Кроме того, данная конфигурация БСОМ широко используется в экспериментах по ближнепольной оптической литографии. В экспериментах, когда требуются высокие уровни оптической накачки (как например, при исследовании локальных нелинейных свойств образцов), реализуется схема, в которой мощное лазерное излучение направляется на исследуемую структуру, а прием осуществляется с помощью ближнепольного зонда.

БСОМ должен поддерживать расстояние между сканирующим зондом и образцом постоянным, чтобы получить простое оптическое изображение поверхности. Для этого могут быть использованы традиционные для АСМ методики поддержания постоянного отклонения измерительной консоли.

Магнитный силовой микроскоп (МСМ). В приборе использован принцип силового микроскопа ближнего поля, где в качестве зонда применяется намагниченное острие. Его взаимодействие с поверхностью образца позволяет регистрировать магнитные микрополя и представлять их в качестве карты намагниченности. Разрешение микроскопа составляет около 25 нм, при размере доменов около 200 нм. МСМ предназначен для изучения магнитных свойств образца. Он позволяет визуализировать намагниченные области и границы магнитных доменов. МСМ отображает пространственные вариации магнитных сил на поверхности образца. Особенностью конструкции МСМ является то, что острие сканирующей иглы покрывается тонкой ферромагнитной пленкой или используется намагниченный никелевый либо железный зонд (рис. 2.40). МСМ работает в бесконтактном режиме и детектирует изменения в резонансной частоте измерительной консоли, обусловленные изменениями магнитного поля в зазоре между острием сканирующей иглы и образцом. МСМ может визуализировать естественно встречающиеся и свободно записанные доменные структуры в магнитных материалах.

Магнитно-силовое изображение получается сначала в результате определения топографии вдоль линии сканирования, а затем путем подъема консоли на определенную высоту над поверхностью для последующего сканирования ее контура. Этот режим именуется **режимом подъема**. При этом расстояние между наконечником и поверхностью не зависит от топографии, а изображение получается путем регистрации изменений магнитных сил взаимодействия острия наконечника с поверхностью.

Таким образом, изображения, полученные с помощью МСМ, содержат информацию как о топографии, так и о магнитных свойствах поверхности. Какая информация преобладает на изображении, зависит от величины расстояния между острием и поверхностью, потому что межатомная магнитная сила существует при больших зазорах, чем это наблюдается для Ван-дер-Ваальсовой силы. Если острие находится близко к поверхности

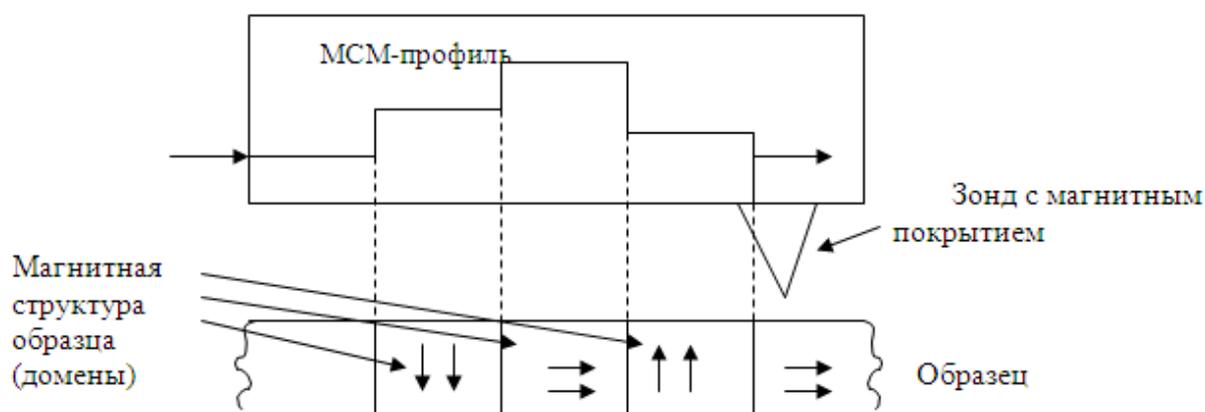


Рис. 2.40. Схема принципа работы магнито-силового микроскопа

(<10 нм), то в режиме работы стандартного бесконтактного АСМ на изображении будет отражена преимущественно топография. При увеличении зазора между острием и образцом (примерно до 30 – 300 нм) влияние топографии снижается, и становятся видны магнитные эффекты. Анализируя ряд изображений, полученных при различной высоте острия над поверхностью, можно успешно отделить магнитные эффекты от влияния топографии. Подобное поведение характерно также и для электростатических сил.

Структура магнитных доменов изображается с нанометровым разрешением, недоступным для других методик. АСМ/МСМ-приборы могут быть сочленены с СТМ и в этом случае смонтированы в камере сверхвысокого вакуума, что обеспечивает получение изображений со сверхвысокой разрешающей способностью (иногда даже в пределах размеров атомов

например графит, в воздушной среде) не только для образцов, обладающих электропроводностью (как в СТМ), но и для диэлектрических материалов. С помощью МСМ можно изучать структуру магнитных битов информации на дисках и других магнитных носителях путем непосредственного контроля качества считывающей головки и запоминающей среды. Теоретически возможность с помощью МСМ восстанавливать информацию с жестких дисков доказана, однако на практике возникает ряд трудностей. Во-первых, размер одного «скана» составляет обычно 10×100 мкм. Поэтому после получения серии данных по магнитному рельефу различных участков дисков эти данные необходимо «сшить» для получения полного изображения. Во-вторых, перед записью на диск данные подвергаются преобразованию (*RLL*-кодирование). Вариантов такого кодирования существует очень много, и в жестких дисках разных моделей даже одного производителя они могут отличаться. Поэтому задача извлечения информации из полученного магнитного рельефа поверхности также не отличается простотой. Тем не менее, разработав специальное программное обеспечение и используя высокие вычислительные мощности современных компьютеров, такую задачу вполне возможно решить.

Традиционные методы получения оптических изображений объектов имеют существенные ограничения, связанные с дифракцией света. Одним из основополагающих законов оптики является существование так называемого дифракционного предела, который устанавливает минимальный размер (R) объекта, изображение которого может быть построено оптической системой при использовании света с длиной волны λ :

$$R \approx \frac{\lambda}{2n} \quad \text{или} \quad R = \frac{\lambda}{2} A, \quad (2.4)$$

где A – числовая апертура объектива; n - показатель преломления среды.

Для освещения объекта наиболее часто применяют белый свет, длину волны которого можно принять $l \approx 550$ нм. Максимальное значение числовой апертуры, достигаемое при использовании иммерсии, составляет $A = 1,44$. В соответствии с условием (2.4) разрешающая способность оптического микроскопа будет равна $R \approx 200$ нм.

Если освещать образец через диафрагму с диаметром отверстия d , намного меньшим длины волны падающего света, и регистрировать интенсивность проходящего через объект или отраженного от него излучения, то размер диафрагмы будет определять разрешение прибора. Так, для

$R \ll 550$ нм получено разрешение около 50 нм, что существенно выше, чем у оптического микроскопа.

14 июля 2004 года корпорация IBM (США) сделала революционный шаг на пути создания систем магниторезонансной визуализации нанометровых объектов, непосредственно зарегистрировав ничтожный магнитный сигнал от единичного электрона, находящегося в глубине твердотельного образца. Прибор отнесен к магниторезонансной силовой микроскопии (MPCM). Это достижение является важнейшим шагом к созданию микроскопа, позволяющего получить трехмерные изображения с атомным разрешением. Появление подобного прибора имеет огромное значение для изучения разнообразных объектов – от белков и лекарственных средств до интегральных микросхем и промышленных катализаторов, – понимание функционирования которых требует детального знания атомной структуры.

Группе ученых под руководством Д. Ругара удалось повысить чувствительность магниторезонансных методов примерно в 10 миллионов раз по сравнению с медицинскими магниторезонансными установками, применяемыми для исследования внутренних органов человека. Такое повышение чувствительности позволяет распространить область применимости магниторезонансной визуализации на нанометровые масштабы.

Основной элемент магниторезонансного микроскопа – миниатюрная консоль, крошечный кремниевый кронштейн в тысячу раз тоньше человеческого волоса. Кронштейн колеблется с частотой около 5000 Гц. А к его концу прикреплен магнит. Одиночные («неспаренные») электроны и атомные ядра ведут себя подобно крохотным стержневым магнитам. Это явление обусловлено фундаментальным свойством электронов, которое называется «спином». Так же, как притягиваются и отталкиваются два стержневых магнита, магнит на консоли магниторезонансного силового микроскопа взаимодействует со спинами частиц образца. Под воздействием высокочастотного магнитного поля, настроенного в резонанс с частотой собственной прецессии исследуемого спина этот спин при колебаниях консоли датчика меняет свою ориентацию на противоположную и обратно. Хотя сила магнитного взаимодействия между магнитом датчика и спином чрезвычайно мала (порядка $10 \dots 18$ Н), консоль датчика настолько чувствительна, что изменение спина вызывает заметное изменение частоты ее собственных колебаний.

В то время как медицинские магниторезонансные установки способны регистрировать группы из не менее чем триллиона спинов протонов, исследователям ИВМ удалось уловить значительно более слабый сигнал от единичного электронного спина. Ученые также продемонстрировали пример простейшей (одномерной) визуализации структуры с разрешением 25 нм – примерно в 40 раз лучше, чем у лучших существующих магниторезонансных микроскопов традиционной конструкции.

В **электростатическом силовом микроскопе (ЭСМ)** напряжение прикладывается между острием и образцом, в то время как измерительная консоль движется над поверхностью, не касаясь ее (рис. 2.41). Величина этого отклонения пропорциональна плотности заряда и может быть измерена стандартной системой.

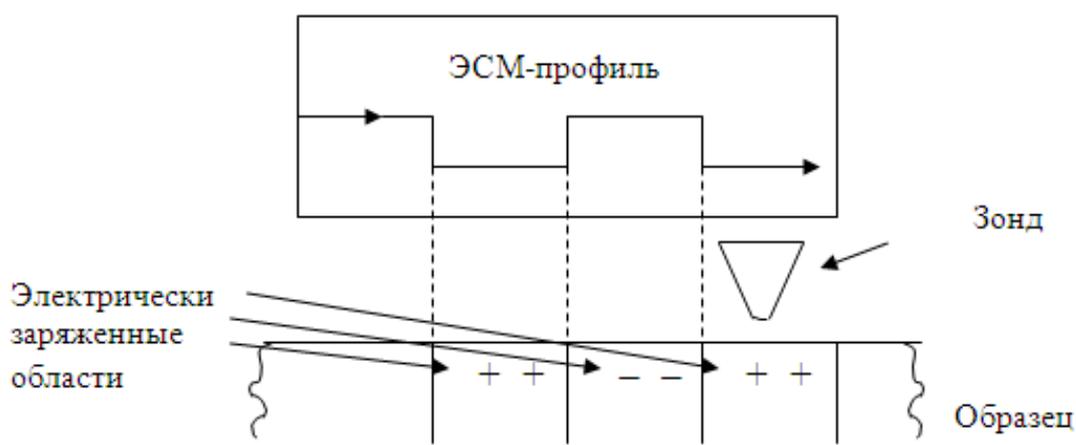


Рис. 2.41. Картографирование электростатических полей с помощью ЭСМ

В электростатическом силовом микроскопе вибрирующий зонд несет электрический заряд, а амплитуда его вибраций зависит от электростатических сил, возникающих в результате взаимодействия с зарядами на поверхности образца. С помощью такого микроскопа можно выявлять картину распределения электрофизических свойств различных материалов, например, концентрации легирующей примеси в кремнии. (Напомним, что легирование полупроводников применяется для изменения соотношения между концентрациями подвижных отрицательных и положительных носителей заряда – электронов и дырок соответственно). Для этого к зазору между зондом электростатического силового микроскопа и исследуемой поверхностью прикладывается напряжение, которое смещает электроны или дырки под зондом, оставляя там заряженную область, электростатиче-

ски взаимодействующую с острием. Последовательные перемещения острия зонда позволяют точно и с высоким разрешением измерить величину заряда, а, следовательно, и количество смещенных электронов или дырок, соответствующее концентрации легирующих атомов. Острие и образец ЭСМ рассматриваются как конденсатор, и измеряется изменение емкости до 10^{-22} Ф с полосой пропускания 1 Гц. Микроскоп позволяет изучать изменение (распределение) потенциала вдоль поверхности образца бесконтактным методом

Методы **микроскопии поверхностных свойств** используют возможность отслеживания и регистрации амплитуды и частоты колебаний зонда (измерительной консоли) в процессе сканирования. Устройства, реализующие такие методики, представляют собой АСМ, в конструкции которого предусмотрена возможность модуляции вынужденных колебаний в зонде или образце. Эти методы обычно позволяют одновременно с получением изображений топографии также регистрировать изменения механических свойств поверхности образца.

На рис. 2.42, а представлен вариант, когда АСМ работает в контак-

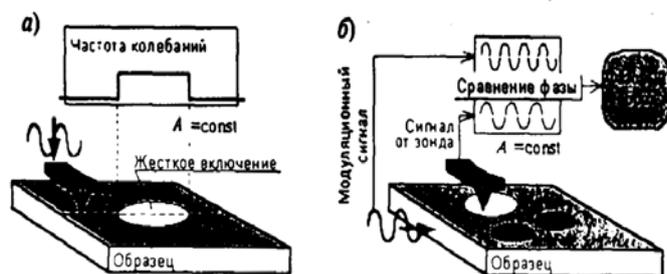


Рис. 2.42. Визуализация механических свойств поверхности:

а – при отслеживании частоты колебаний зонда (частота увеличивается на более жестких участках); б – при записи разности фаз частоты сигнала, прикладываемого для возбуждения колебаний, и частоты колебаний зонда (построение фазового образа)

ном режиме, и в измерительной консоли возбуждаются колебания с постоянной амплитудой A . С помощью системы обратной связи отклонение консоли поддерживается постоянным, частота ее колебаний изменяется в соответствии с жесткостью сканируемого участка поверхности. Таким образом, можно, например, выявлять разнородные включения в материале поверхности. Аналогично при поддержании постоянной частоты колебаний консоли и регистрации изменений их амплитуды возможна визуализация распределения вязких характеристик поверхности. При этом на более вязких участках амплитуда будет меньше.

Механические свойства поверхности можно исследовать также путем построения ее фазового образа (рис. 2.42, б). Для этого необходим АСМ, работающий в динамическом режиме. Как и в предыдущих случаях,

в измерительной консоли или образце модулируются вынужденные колебания. Система при этом сравнивает реальную частоту колебаний консоли с частотой сигнала, прикладываемого для возбуждения колебаний. Изменения в сдвиге фаз между этими двумя сигналами будут отражать изменения механических свойств поверхности образца.

С помощью **сканирующей термальной микроскопии (СТерМ)** можно визуализировать локальные вариации теплофизических поверхностей. Данная методика реализуется за счет использования терморезистивного зонда, работающего в одном из двух режимов – постоянного тока или постоянной температуры.

В первом случае электрическое сопротивление термочувствительного зонда изменяется вместе с изменением температуры в данной точке сканирования. Это регистрируется путем измерения падения напряжения при пропускании через зонд слабого постоянного тока, исключая, однако, его нагрев. При такой схеме работы картографируются температурные поля на сканируемой поверхности.

В режиме постоянной температуры отслеживается тепловой поток от зонда к образцу при поддержании постоянной температуры зонда, что позволяет визуализировать локальные изменения теплопроводности поверхности образца. Набор данных составляется из значений напряжения, прикладываемого к зонду для его обогрева и изменяющегося в каждой точке сканирования в зависимости от теплопроводности материала образца.

Зонд растрового термического микроскопа является, пожалуй, самым крошечным в мире термометром: он позволяет измерять поверхностные изменения температуры в десятитысячную долю градуса на длине несколько десятков нанометров. Зонд представляет собой вольфрамовую проволочку до 30 нм в поперечнике, покрытую никелем, который отделен от вольфрама слоем диэлектрика везде, кроме самого кончика. Такой вольфрамо-никелевый зонд работает как термopара, генерируя напряжение, пропорциональное его температуре. Когда нагретый кончик зонда приближают к исследуемому (твердотельному) образцу, являющемуся лучшим проводником тепла, чем воздух, теплопотери кончика острия возрастают. Последний охлаждается, термоэдс термopары уменьшается пропорционально изменению ширины зазора. Наоборот, когда зонд удаляется от образца, термоэдс увеличивается. Таким образом, потери тела выявляют топографию исследуемой поверхности точно так же, как туннельный ток или силы межатомного отталкивания выполняют эту роль в микроскопах

ближнего поля. Растровый термический микроскоп применяют для картографирования температуры в живых клетках или для измерения очень малых, практически незаметных скоростей истечения потоков жидкости или газа.

Одной из эффективных СЗМ-технологий является **нанолиитография**. Нанолиитография – это совокупность методов и технологий, позволяющих наносить на поверхность рисунок субмикронных или нанометровых размеров. Обычно СЗМ применяются для формирования изображения поверхности без ее повреждения. Однако АСМ или СТМ могут быть использованы для направленной модификации поверхности путем приложения либо повышенной нагрузки в случае АСМ, либо повышенных пульсаций тока в случае СТМ. Эта технология известна как нанолиитография. Большинство СТМ могут быть использованы и для нанолиитографии, если они содержат устройства для генерации повышенных пульсаций тока. В случае АСМ он должен работать в контактном режиме. Кроме того, необходимым условием является контролируемое перемещение острия зонда по схеме, задаваемой оператором.

Однако даже усовершенствованные конструкции атомно-силовых микроскопов оказывают все же достаточно большое давление на объект, что может привести к загрязнению или повреждению последнего. Поэтому разработано новое семейство сканирующих микроскопов с зондами-остриями, среди которых основным следует считать **лазерный силовой микроскоп**. «Сила», которую чувствует этот микроскоп, – это малая сила притяжения между исследуемой поверхностью и зондом (кремниевым или вольфрамовым), находящимся от нее на расстоянии от 2 до 20 нм. Она складывается из силы поверхностного натяжения воды, конденсирующейся в зазоре между острием, и слабыми силами Ван-дер-Ваальса. Притягивающая сила очень мала – в 1000 раз меньше, чем межатомное отталкивание в атомно-силовых микроскопах. При перемещении острие вибрирует с частотой, близкой к резонансной. Лазерно-силовой микроскоп регистрирует силу межатомного взаимодействия по ее воздействию на динамику вибрирующего зонда.

В АСМ в качестве сенсора использованы силы отталкивания (примерно 10^{-9} Н), которые возникают при приближении зонда к поверхности на межатомное расстояние и являются результатом взаимодействия волновых функций электронов атомов зонда и образца. Последнее достижение в этой области – создание лазерного силового микроскопа, который измеря-

ет силы отталкивания до 10^{-11} Н (в АСМ эти силы ограничены 10^{-9} Н) на расстоянии до 20 нм, с разрешением порядка 5 нм.

Изменение амплитуды измеряется с помощью сенсорного устройства на базе лазера. Для этого используется другой принцип микроскопии – интерферометрия. Лазерный луч расщепляется на два: луч сравнения, который отражается от стационарного зеркала или призмы, и зондирующий луч, который отражается от обратной стороны острия. Два луча складываются и интерферируют, порождая сигнал, фаза которого чувствительна к изменению длины пути, пройденного зондирующим лучом. Таким образом, интерферометр измеряет вибрации кончика острия амплитудой до 10^{-5} нм. Рассмотренный принцип позволяет лазерно-силовому микроскопу регистрировать малые неровности рельефа величиной до 5 нм (около 25 атомных слоев).

Техника сканирующих зондов располагает возможностями оптической микроскопии. Рассматриваются способы перенесения в микроскопию ближнего поля таких чисто оптических эффектов, как поляризационный контраст, фазовый контраст, методы усиления контраста и т.д. Существующие сканирующие микроскопы с зондами-остриями позволяют с разрешением в несколько нанометров «увидеть» мир молекул или микросхем, а в совокупности со средствами оптической микроскопии эта же техника раскроет окно в этот мир в свете, тених и цвете.

Следует упомянуть и еще об одном, совершенно новом методе – **протонной микроскопии**, или **протонной радиографии**. В основе лежит так называемый эффект теней. В одном из вариантов кристаллический образец «освещают» параллельным пучком протонов, высокая энергия которых (сотни или даже тысячи кэВ) позволяет им проникнуть чрезвычайно близко к ядрам атомов, составляющих кристаллическую решетку образца. Рассеиваясь на ядрах в различных направлениях, протоны «продираются» сквозь кристалл, частично выходят из него и засвечивают расположенную с «освещаемой» стороны образца фотопластинку, где получается специфическая сетка ярких линий с пятнами разных размеров. Эта картина напоминает картины дифракции электронов или рентгеновских лучей на кристаллах. Однако подобие это чисто внешнее, т.к. принципиально различны механизмы их получения. В первых двух случаях происходит волновое взаимодействие, тогда как при протонографии – корпускулярное взаимодействие протонов и ядер. Это отличие дает определенное преимущество: повышая энергию протонов, мы увеличиваем глубину их проникновения в

образец, не ухудшая при этом (что наиболее важно) способность «видеть» атомы.

Физика взаимодействия протонов с ядрами очень сложна, и мы останавливаться на ней не будем. Отметим лишь возможности протонографии. По протонограмме можно определить тип структуры кристалла, кристаллографическую ориентацию, углы между кристаллографическими осями. Ее вид чрезвычайно чувствителен к малейшим искажениям (деформациям) кристаллической решетки. Протонограмма также регистрирует точечные дефекты. Важным преимуществом протонографии является возможность послойного анализа микроструктуры кристаллических образцов без их разрушения: повышая энергию протонов, можно проникать все глубже и глубже. Послойное исследование можно проводить и не меняя энергии. Для этого перед фотопластинкой помещают металлическую фольгу определенной толщины. Протоны, вышедшие из глубины образца и потерявшие таким образом значительную часть энергии, будут поглощаться фольгой, тогда как протоны, рассеянные вблизи поверхности, пройдут сквозь фольгу и попадут на пластинку. Последовательно меняя толщину фольги, можно получить серию протонограмм с различной глубины образца и установить, например, распределение по глубине каких-либо дефектов. При этом образец не разрушается.

2.5. Спектроскопия в нанометрологии

Спектроскопия – один из основных методов исследования наночастиц. Применяются различные методы спектроскопии: оже-спектроскопия, фотоэлектронная рентгеновская спектроскопия, раман-спектроскопия, фотолюминесцентная и электролюминесцентная спектроскопия, дифракция медленных электронов, а также атомные спектральные измерения (АСИ).

Оже-спектроскопия основана на эффекте, открытом в 1925 году французским физиком Пьером Оже в инертных газах. Суть этого явления в том, что если на одном из внутренних уровней энергии атома по каким-то причинам создается вакансия – дырка, то она быстро заполняется другим электроном атома, а лишняя, выделяющаяся при этом энергия передается еще одному электрону, который и «выстреливается» из атома (оже-электрон). Энергия этих электронов определяется природой испускающих атомов, а число электронов пропорционально количеству таких атомов. Поэтому оже-спектроскопия позволяет проводить одновременно качест-

венный и количественный анализ исследуемого вещества. Оже-электроны имеют энергию, которой едва хватает для прохождения нескольких ангстрем твердого вещества. Следовательно, они несут информацию именно о приповерхностных слоях кристалла.

Таким образом, оже-эффект – это автоионизация возбужденного атома путем эмиссии электронов из атома при наличии в атоме вакансий. Первичную вакансию в поверхностных атомах можно создать электронным, фотонным и ионным пучками. Соответственно различают электронную, фотонную и ионную оже-спектроскопии поверхности, первая из которых получила наибольшее распространение. Достигнутая сейчас чувствительность этого метода позволяет регистрировать, например, адсорбированные на поверхности атомы в количествах, не превышающих доли процента от общего числа поверхностных атомов.

Растровые оже-электронные микроскопы (РОЭМ) – приборы, в которых при сканировании электронного зонда детектируются оже-электроны из глубины объекта не более 0,1-2 нм. При такой глубине зона выхода оже-электронов не увеличивается (в отличие от электронов вторичной эмиссии) и разрешение прибора зависит только от диаметра зонда. Прибор работает при сверхвысоком вакууме ($10^{-7} - 10^{-8}$ Па). Его ускоряющее напряжение около 10 кВ. На рис. 2.43 представлено устройство РОЭМ. Электронная пушка состоит из гексаборид-лантанового или вольфрамового термокатода, работающего в режиме Шоттки, и трехэлектродной электростатической линзы. Электронный зонд фокусируется этой линзой и магнитным объектом, в фокальной плоскости которого находится объект. Сбор оже-электронов

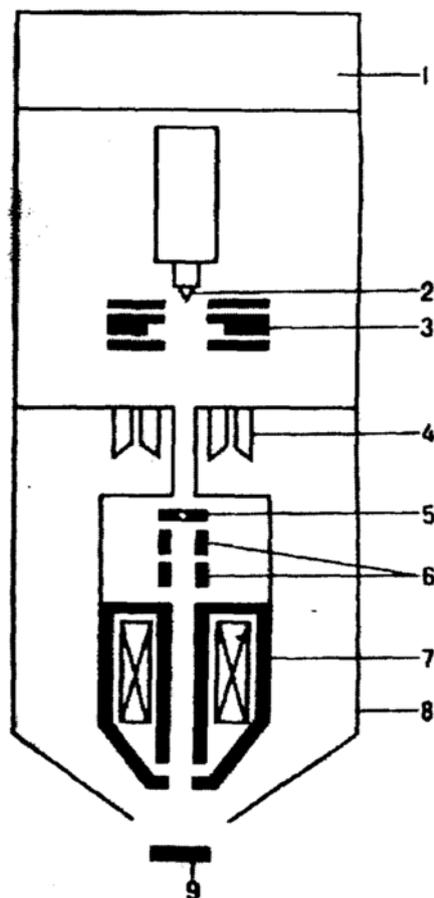


Рис. 2.43. Схема растрового оже-электронного микроскопа (РОЭМ):

- 1 – ионный насос; 2 – катод;
- 3 – трехэлектродная электростатическая линза; 4 – многоканальный детектор;
- 5 – апертурная диафрагма объектива; 6 – двухъярусная отклоняющая система для развертки электронного зонда;
- 7 – объектив; 8 – наружный электрод цилиндрического зеркального анализатора; 9 – объект

производится с помощью цилиндрического зеркального анализатора энергии, внутренний электрод которого охватывает корпус объектива, а внешний примыкает к объекту. С помощью анализатора, дискриминирующего оже-электроны по энергиям, исследуется распределение химических элементов в поверхностном слое объекта с субмикронным разрешением. Для исследования глубинных слоев прибор оснащается ионной пушкой, при помощи которой удаляются верхние слои объекта методом ионно-лучевого травления.

Дифракция медленных электронов основана на фундаментальном свойстве материи – волновом характере движения частиц. Этот метод служит аналогом рентгеноструктурного анализа, применяемого для исследования кристаллической структуры в объеме вещества.

При дифракции на кристалле электроны малых энергий способны проникать лишь в поверхностные слои, и поэтому дифракция таких электронов на регулярно расположенных атомах предоставляет сведения о структуре поверхности. Это помогает использовать дифракцию медленных электронов как чувствительный метод наблюдения поверхностных структурных превращений.

В последнее время все большую популярность приобретают комбинированные методы исследования поверхности. Например, электронная оже-спектроскопия образца производится практически одновременно с рассеянием на нем медленных электронов, а также ионов, атомов и рентгеновских лучей. Поэтому вакуумная камера, в которую помещается образец, обычно имеет множество вводов и позволяет использовать сразу несколько зондирующих агентов.

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФС) была разработана в середине 1960-х годов Сегбаном и соавторами, за что он был удостоен Нобелевской премии в области физики в 1981 году. Первоначально эта методика именовалась электронной микроскопией для химического анализа. В дальнейшем, по мере развития других методик электронной микроскопии, РФС получила широкое распространение для исследований поверхностей. На поверхность материала направляется пучок рентгеновского излучения. Это приводит к эжекции электронов с различными энергиями. Они покидают образец и попадают в электронный спектрометр, регистрирующий эмитированные электроны с последующим анализом в зависимости от их кинетической энергии.

РФС широко применяется при изучении атомного состава поверхности вещества и окружающей ее химической среды (например сил сцепления атомов или окисления поверхности), состоящей из любых элементов, кроме водорода и гелия. Следовательно, РФС является одной из основных методик исследований наноструктурированных материалов, у которых наноэффекты активно проявляются на поверхности.

Несмотря на то, что рентгеновские лучи могут проникать вглубь вещества на десятки микрометров, эжектируемые электроны, достигающие анализатора, эмитируют из верхнего слоя толщиной в десятки ангстрем. Когда падающий фотон взаимодействует с электроном, обладающим энергией связи E_B и находящимся на внутренней оболочке (основном уровне) атома, возникает фотоэлектрический эффект, но при условии, что энергия фотона превышает E_B . Рентгеновское характеристическое излучение регистрируется кристаллическим (волноводисперсным) или полупроводниковым (энергодисперсным) спектрометрами, которые взаимно дополняют друг друга. В первом случае рентгеновское излучение после отражения кристаллом спектрометра попадает в газовый пропорциональный счетчик, а во втором – рентгеновские кванты возбуждают сигналы в полупроводниковом охлаждаемом (для снижения шума) детекторе из кремния, легированного литием, или из германия. После усиления сигналы спектрометров могут быть поданы на модулятор ЭЛТ и на ее экране возникнет картина распределения того или иного химического элемента по поверхности объекта.

На РЭМ, оснащенном рентгеновскими спектрометрами, производят локальный количественный анализ: регистрируют число импульсов, возбуждаемых рентгеновскими квантами от участка, на котором остановлен электронный зонд. Кристаллический спектрометр с помощью набора кристаллов-анализаторов с различными межплоскостными расстояниями дискриминирует с высоким спектральным разрешением характеристический спектр по длинам волн. Полупроводниковый спектрометр дискриминирует рентгеновские кванты по их энергиям и регистрирует одновременно все элементы. Его спектральное разрешение ниже, чем у кристаллического спектрометра, но выше чувствительность. Имеются и другие преимущества: быстрая выдача информации, простая конструкция, высокие эксплуатационные характеристики.

Отражательная способность рентгеновского излучения образцом основана на интерференции лучей от различных границ раздела, в то время

как дифракция рентгеновских лучей возникает в результате интерференции их части, дифрагировавшей на элементах периодической кристаллической решетки.

РФС требует наличия сверхвысокого вакуума для предохранения поверхности от загрязнения и увеличения длины свободного пробега эмитированных электронов. Загрязнения опасны, прежде всего, потому, что из-за высокой чувствительности РФС они сильно влияют на получаемый эмиссионный спектр. В соответствии с кинетической теорией газов давление не должно превышать 10^{-8} .

Установка РФС содержит источник рентгеновского излучения, анализатор и детектор (приемник) электронов. Для профилирования глубины в состав аппаратуры вводятся ионный инжектор (ионная пушка) и анализаторы отклоняющего типа, разделяющие электроны с определенными энергиями по различным траекториям на их пути к детектору (рис. 2.44).

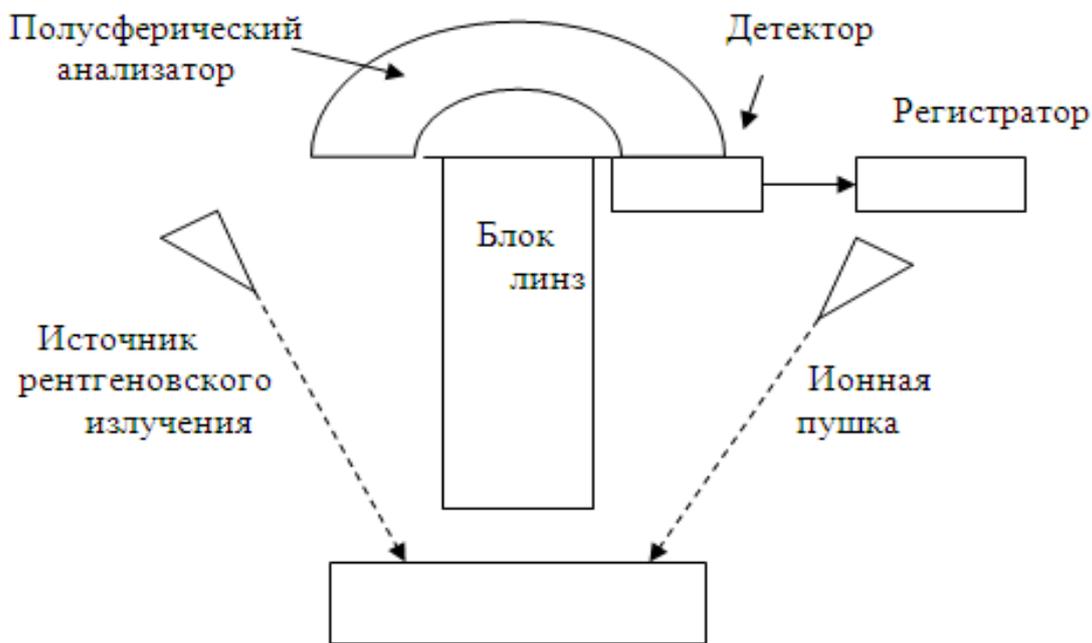


Рис. 2.44. Измерительная схема РФС

Существует несколько типов анализаторов с различной геометрией взаимного расположения их составных частей. Наиболее известны цилиндрический зеркальный анализатор, 127-градусный анализатор и концентрический полусферический анализатор, который используется чаще всего. Он состоит из двух концентрических металлических полусфер. Между ними создается разность потенциалов и образуется электрическое поле, в которое инжектируют электроны, направляемые в промежуток между по-

лусферами. Высокоскоростные электроны бомбардируют наружную полусферу, а медленные притягиваются внутренней полусферой. В результате только электроны, обладающие энергией в определенном узком диапазоне ее значений (энергией пролета, *pass energy*), пролетают вдоль всей полуокружности и попадают на детектор.

Высокоэнергетические ионы из ионного инжектора бомбардируют поверхность образца, предназначенного для проведения анализа. В результате для очистки поверхности от загрязнений или глубинного профилирования удаляются несколько монослоев. Источником образования ионов служит инертный газ (обычно аргон).

Полученные в результате столкновений с электронами положительно заряженные распыленные ионы ускоряются с энергиями в диапазоне 0,5 – 10 кэВ и фокусируются на поверхности образца, производя ее протравливание для последующего анализа по глубине.

РФС в настоящее время является наиболее широко применяемой методикой детального изучения поверхностей наноструктур, позволяющей получать информацию о концентрации атомов и разновидностях химических сред на анализируемой поверхности наноструктуры. Однако аппаратура, работа с ней и обработка полученных данных требуют большого внимания. Методика очень полезна в нанотехнологии, так как уменьшение размеров увеличивает важность и значимость роли поверхностей. Ионный инжектор позволяет проводить изучение глубинных профилей. Более того, РФС позволяет со значительно большей точностью определять параметры тонких пленок. Эта методика весьма полезна при изучении поверхностей нанопорошковых образцов материалов.

Рамановская спектроскопия. Эластичное рассеяние фотонов молекулой называется рэлеевским рассеянием. Однако небольшая часть фотонов (примерно 1 из 10^7) претерпевает упругое рассеяние по причине изменений элементарных возбуждений исследуемого материала. Если лазерное излучение в диапазоне длины волн от ближнего УФ до ближнего ИК (включая видимый участок) падает на образец, то фотоны, порождаемые эластичным рассеянием молекул, образуют излучение с длиной волны, отличной от таковой у падающего пучка, и порождаемое изменениями движения молекул. Этот эффект был открыт в 1928 году индийским ученым Раманом и получил название рамановского рассеяния. Оно связано с изменением колебательной энергии молекул. Иными словами, имеет место рождение фонона (стоксов процесс) или его аннигиляция (антистоксов про-

цесс). Количество фононов в возбужденном состоянии зависит от температуры. Если возникновение рамановского эффекта, длящегося не более 10^{-14} с, выглядит достаточно простым, то теория рамановского рассеяния далеко не элементарна. Для ее объяснения необходимо привлечение аппарата теории групп и теории возмущений высоких порядков.

Раман в качестве источника монохроматического излучения использовал отфильтрованное солнечное излучение, цветной фильтр в качестве монохроматора, а приемником излучения служил глаз. Поскольку интенсивность рассеянного рамановского излучения чрезвычайно мала, потребовался мощный источник монохроматического излучения, что стало возможным только после появления лазера (рис. 2.45).

Рамановский спектрометр может быть дисперсионным или недисперсионным. Дисперсионные приборы содержат дифракционную решетку

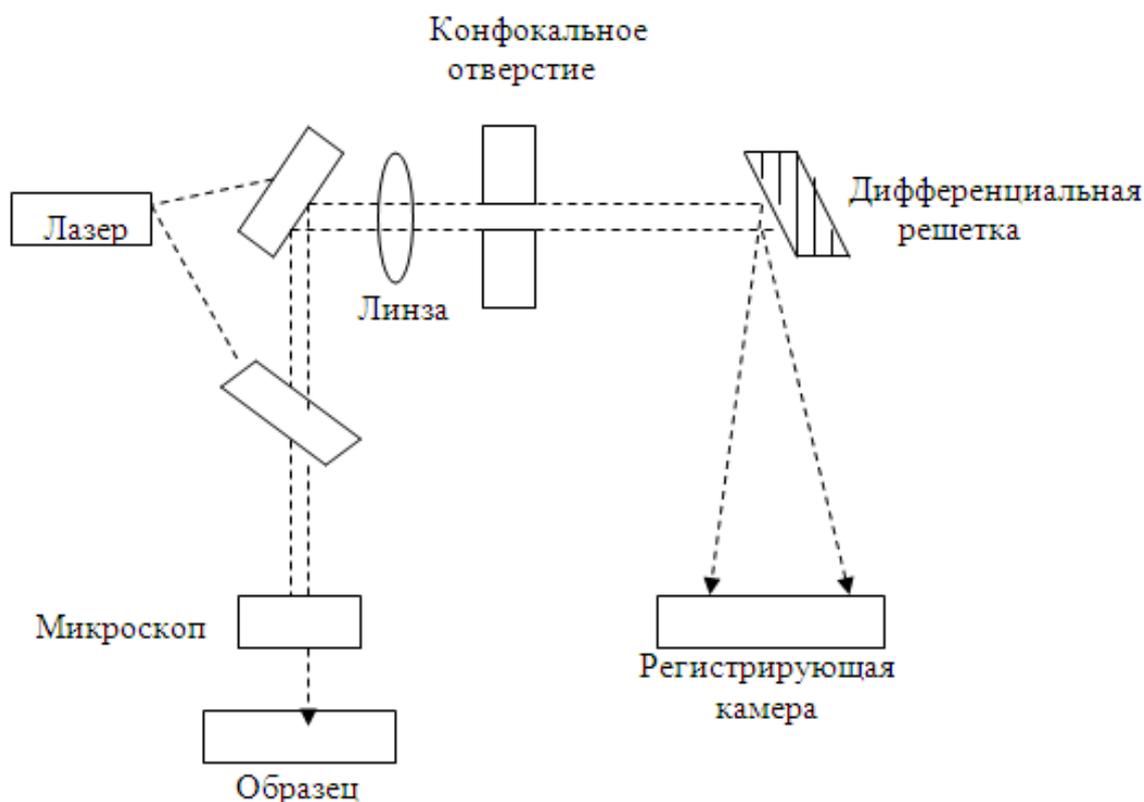


Рис. 2.45. Схема рамановского спектрометра

или призму, разделяющие пучки на цветовые составляющие. Недисперсионные приборы базируются на интерферометре Майкельсона и именуются рамановскими спектрометрами с преобразованием Фурье (FT-Raman).

В универсальных дисперсионных приборах используются двойные и тройные монохроматоры. В усовершенствованные рамановские спектро-

метры вводятся различные оптические элементы типа узкополосных фильтров, конфокальных диафрагм, микроскопов и поляризаторов.

Быстродействие рамановской спектроскопии позволяет исследовать изменения фазы образцов (аморфных или кристаллических), изменения их размеров и механические напряжения в нанокристаллах. Более того, применение соответствующего математического аппарата позволяет по форме и положению пика полосы первого порядка рамановского рассеяния определить напряжение внутри нанокристалла, а также его размер и кристаллический коэффициент (отношение). Введение в спектрометр линз и других оптических приборов, таких как, например, микроскоп и поляризатор, расширяет возможности использования рамановской спектроскопии. Поскольку эта методика поставляет информацию о фазовых изменениях материала (вещества), размерах и механических напряжениях, она широко используется при калибровке наноструктур.

Фотолюминесцентная спектроскопия (ФЛС) целесообразна при изучении полупроводников, особенно тех, что применяются в оптоэлектронных приборах. Она представляет собой простую, разностороннюю, бесконтактную, неразрушающую методику исследований электронной структуры материалов.

Фотолюминесценция (ФЛ) основана на облучении изучаемого кристалла фотонами с энергиями, превышающими энергию его ширины запрещенной зоны. Поток фотонов направляется на образец, где он поглощается и передает избыточную энергию материалу в процессе возбуждения фотолюминесценции. Эта избыточная энергия может претерпеть диссипацию внутри образца и породить люминесценцию, которая в случае так называемого «фотовозбуждения» именуется фотолюминесценцией. Интенсивность и спектральный состав излучения фотолюминесценции являются величинами, характеризующими важнейшие свойства материала. Фотовозбуждение порождает электронно-дырочные пары внутри материала, перемещающиеся в зоны разрешенных возбужденных состояний.

ФЛ является процессом спонтанного излучения при оптическом возбуждении (накачке) материала. Поскольку накачка является оптической, т.е. бесконтактной, то отсутствует необходимость в электрических контактах и соединениях, и возможно применение высокорезистивных материалов. Более того, ФЛ можно использовать фактически для исследования любой поверхности при любых условиях окружающей среды, а также при изучении множества параметров материала, например, электрических

свойств образца и дискретных электронных состояний. Характерные особенности эмиссионного спектра могут быть использованы для идентификации поверхностных, пограничных и примесных уровней, а также при измерении разупорядоченности сплавов и шероховатости поверхности. Интенсивность ФЛ-сигнала позволяет судить о качестве поверхностей и границ их разделов. Более того, АКС нечувствительна к давлению в камере, где расположен образец, что позволяет изучать свойства поверхности при относительно высоком давлении.

Типичная ФЛС-установка состоит из трех основных частей: источника излучения, обеспечивающего возбуждение; дьюара для размещения образцов при низких температурах; приемника для сбора фотонов, излучаемых образцом, и устройства обработки получаемой информации (рис. 2.46).

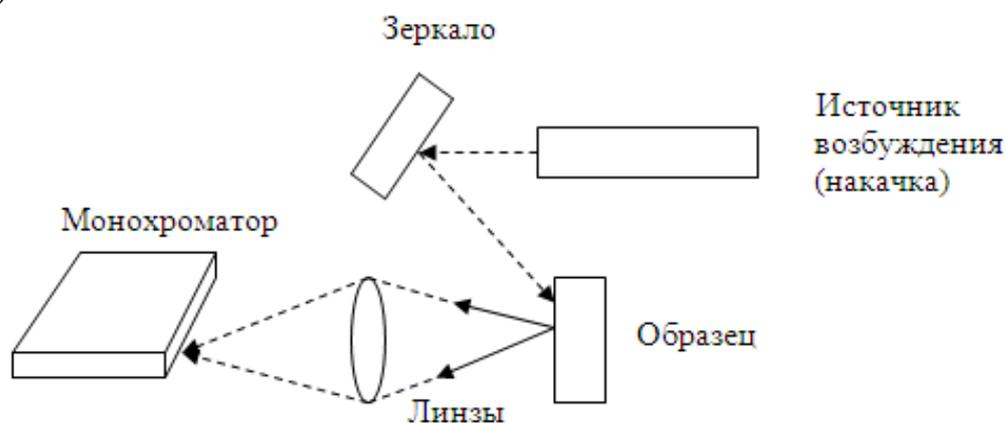


Рис. 2.46. Структурная схема типичной ФЛС-установки

Электролюминесцентная спектроскопия. Явление электролюминесценции (ЭЛ) было обнаружено в 1936 году Г. Дестиау, когда он открыл люминофоры, светившиеся при высокой напряженности порядка 10 кВ/см электрического поля. Электролюминесценция (ЭЛ) отличается от фотолюминесценции процессом возбуждения: в ФЛ рождение и рекомбинация электронно-дырочных пар происходит за счет оптического возбуждения (накачки) материала, в то время как в ЭЛ те же процессы нуждаются в электрическом возбуждении. Процессы излучения света в ЭЛ те же, что и в ФЛ, т.е. излучение фотона имеет место при переходе электрона с верхнего энергетического уровня на нижний. Это случается при переходах из зоны проводимости в валентную зону, в примесные состояния или из донорского в акцепторный уровень. В ЭЛ носители могут быть возбуждены тремя способами: электрической ионизацией внутри кристалла; инъекцией носи-

телей или накоплением (аккумуляцией) носителей в определенной точке кристалла, т.е. увеличением их концентрации путем пропускания тока.

Аппаратура ЭЛ идентична аппаратуре ФЛ, но с дополнением системы электрических измерений. Измерения можно проводить как при комнатной, так и криогенной (отрицательной) температурах. Головка криостата закрепляется на 3D-микropозиционирующем устройстве и имеет выходное окно для пропускания испускаемого излучения в монохроматор.

Таблица 2.3

Средства измерений параметров наночастиц, используемые в газовых и аэродисперсных средах

Средство измерений	Диапазон измерения размеров наночастиц, нм	Диапазон измерения счетной концентрации, см ⁻³	Измеряемый диаметр наночастицы	Основной или дополнительный метод. Использование в международных сличениях
Анализатор на основе рассеяния или дифракции лазерного излучения	10 – 20000	1 – 4·10 ³	Дифракционный	Дополнительный
Дифференциальный анализатор подвижности частиц	6 – 1000	1 – 10 ⁷	Диффузионный (аэродинамический)	Основной
Масс-спектрометр	30 – 500	Нет данных	Рассчитанный по результатам сепарации по массе при плотности 1 г/см ³	Использование в комплексе не предполагается
Диффузионный спектрометр	5 – 600	1 – 10 ⁵	Диффузионный (аэродинамический)	Основной
Анализатор на основе интерференции света	30 – 40000	10 ³ – 10 ⁵	Эффективный (в связи с оптической плотностью)	Дополнительный
Генераторы частиц аэрозоля (эталонные меры)	10 – 500	10 ³ – 10 ⁶	Проекционный (определяется методами электронной и атомно-силовой микроскопии)	Основной

Электрорлюминесценция играет важную роль в исследованиях электрических свойств электронных приборов в нанометрическом диапазоне.

Она позволяет понять механизмы излучения света приборами на основе нанокристаллов.

Весьма перспективными представляются атомно-спектральные измерения (АСИ). Это особый вид оптико-физических измерений, основанных на преобразовании молекул в атомнизированную и/или ионизированную форму с последующим разделением, регистрацией и обработкой спектральных характеристик образующихся при этом потоков фотонов, ионов и электронов.

Таблица 2.4

Средства измерений параметров наночастиц, используемые в водных средах

Средство измерений	Диапазон измерения размеров наночастицы, нм	Диапазон измерения счетной концентрации, дм^{-3}	Измеряемый диаметр наночастицы	Основной или дополнительный метод. Использование выбора метода
Лазерный дифференциальный анализатор	$20 - 10^5$	$10 - 7 \cdot 10^5$	Дифракционный	Основной. Результаты ВНИИФТРИ
Анализатор на основе динамического рассеяния света	$1 - 6000$	Не нормируется	Диффузионный (гидродинамический)	Основной. Результаты ВНИИФТРИ
Анализатор на основе интерференции света	$20 - 100$	$10^3 - 10^6$	Эффективный (в связи с оптической плотностью)	Дополнительный. Результаты ВНИИФТРИ

Развивается и масс-спектрометрия как один из методов контроля и диагностики, направленной на определение химического состава веществ (примесей). Метод основан на анализе зависимости ионного тока от отношения массы ионов исследуемого вещества к электрическому заряду этих ионов. В работе [42] приведены (табл. 2.3 и 2.4) сведения о СИ для измерения параметров наночастиц в различных средах.

Рассматривая задачи метрологического обеспечения измерений спектральных характеристик лазеров [42], можно отметить, что создание лазеров с управляемыми параметрами излучения – частоты, спектра, дли-

тельности и мощности импульса – открыло новый этап в развитии спектроскопии высокого разрешения. Лазер становится универсальным инструментом при решении научных и прикладных спектроскопических задач, причем коренным образом изменяются методы и схемы спектроскопии высокого и сверхвысокого разрешения. Наряду с классической спектроскопией интенсивно развивается ее новая область – лазерная спектроскопия.

Основные методы и применение лазерной спектроскопии, лазеры с перестраиваемой частотой и их характеристики, требования к спектральной аппаратуре постоянно меняются и ужесточаются.

Лазерная спектроскопия внутри доплеровского контура с использованием лазеров с перестраиваемой частотой позволяет выявить тонкую и сверхтонкую структуру линии поглощения, скрытую доплеровским уширением, проводить прецизионные измерения естественной ширины и времена жизни уровней вращательных постоянных молекул. Возможность высокоточной настройки на центр доплеровского контура линии открывает интересное и важнейшее применение этого метода для разделения изотопов, стимулирования и селективного управления химическими реакциями.

Высокая направленность, монохроматичность, большая интенсивность делают излучение лазера перспективным и в спектроскопии комбинационного рассеяния (СКР), позволяющей изучать спектры молекул, неактивные в поглощении.

Спектроскопия СКР высокого разрешения и ее эффективность могут быть существенно увеличены путем использования наряду с излучением, возбуждающим СКР, дополнительного излучения лазера, резонансно подстраиваемого на одну из собственных молекулярных частот. Практическое использование спектроскопии СКР – дистанционный анализ газовых (в том числе загрязняющих) компонентов атмосферы – находит все большее применение в исследовании оптических свойств атмосферы.

Высокое разрешение спектров поглощения при помощи лазеров с перестраиваемой частотой дает возможность определить самое главное для газовой среды – модель столкновений и величины, характеризующие элементарные акты столкновений, определить вращательные и центробежные постоянные, электрические характеристики атомов и молекул. Эти данные позволяют с высокой точностью решать прямую спектроскопическую за-

дачу, практическая реализация которой, например, для газодинамики и атмосферной оптики имеет большое значение.

На основе лазеров с перестраиваемой частотой и управлением других параметров излучения в настоящее время уже разработано несколько вариантов спектрометров линейной и нелинейной лазерной спектроскопии для исследования тонкой и сверхтонкой структуры спектров поглощения веществ, приборы для атомного и молекулярного флуоресцентного анализа.

Лазеры с перестраиваемой частотой. Для решения задач линейной спектроскопии высокого разрешения с успехом применяются маломощные лазеры с малой шириной линии люминесценции и спектра излучения (менее 100 кГц), перестройка частоты излучения которых осуществляется смещением линии люминесценции. К таким лазерам относятся полупроводниковые лазеры на тройных соединениях и лазеры на спиновых переходах.

При решении комплексных задач линейной, нелинейной и нестационарной спектроскопии эффективны лазеры, модификация конструкции резонатора которых позволяет сочетать мобильное изменение параметров излучения – частоты, ширины спектра, длительности и мощности импульса – с вариацией спектроскопических методов, обеспечивающих широкий диапазон чувствительности, например, к поглощению. В этом отношении представляют несомненный интерес лазеры с широким контуром усиления в сочетании с адсорбционным, оптико-акустическими методами, методом анализа спектра поглощения по тушению генерации лазера и методом спектроскопии внутри доплеровского контура. Такое сочетание обеспечивается: скоростным свипированием частоты в процессе генерации, возможностью смены методов в ходе эксперимента, широким динамическим диапазоном чувствительности к поглощению ($1 - 10^{-11} \text{ см}^{-1}$), перестройкой в широких пределах длительности импульса и мощности излучения. Такие возможности представляют жидкостные, твердотельные, газовые лазеры высокого давления, а также параметрические генераторы света. Управление спектрально-кинematicкими характеристиками излучения лазеров этих типов осуществляется введением в резонатор диспергирующих элементов: призм, интерферометров различных типов, поглощающих селекторов, поляризационных фильтров или их комбинаций. Практически при использовании активных сред с широким контуром усиления и соответ-

вующего нелинейного преобразования частоты когерентное излучение может быть получено на любой частоте видимого и инфракрасного диапазона. В табл. 2. приведены типы и основные характеристики лазеров с перестройкой частоты излучения.

Требования к аппаратуре. Эффективность использования методов лазерной спектроскопии в спектроскопических исследованиях и практических приложениях зависит от состояния измерений и контроля параметров лазерного излучения и, в первую очередь, спектрального состава и генерируемой длины волны. Для решения большого круга спектроскопических задач частоту и ширину спектра излучения нужно измерять с относительной погрешностью 10^{-7} . В отдельных случаях это значение должно быть уменьшено до $10^{-8} - 10^{-9}$, что находится на уровне предельной точности абсолютных измерений длин волн. При решении ряда прикладных задач требования к точности значительно ниже ($10^{-6} - 5 \cdot 10^{-7}$).

Метрологическое обеспечение перестраиваемых лазеров требует и нового подхода к спектрометрии их частот. Если для лазеров с узкой шириной линии люминесценции (например, газовых), положение которой на шкале с точностью 10^6 , достаточно производить относительные измерения спектра (частотные интервалы и относительные интенсивности генерируемых частот), то неопределенность линии генерации перестраиваемых лазеров делает в большинстве случаев необходимой абсолютную привязку спектра излучения к шкале длин волн.

Таким образом, перед приборостроителями и метрологами ставятся новые задачи. Во-первых, необходимо создать новый вид спектральной аппаратуры, отвечающей поставленным выше требованиям. Во-вторых, нужно разработать поверочную схему, предусматривающую соподчиненность существующих эталонов и вновь разрабатываемых рабочих и образцовых средств измерений, и методики передачи единицы длины волны во всех звеньях схемы.

2.6. Сравнительный анализ технических средств нанометрологии

Совершенствование методов аналитической диагностики поверхности приводит к решению фундаментальных и прикладных задач nanoиндустрии, связанных с описанием объектов по топологическим, морфологическим и электрофизическим параметрам.

Наиболее информативными методами решения этих задач являются растровая электронная микроскопия, сканирующая туннельная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, электронная оже-спектроскопия, вторично-ионная масс-спектроскопия, спектроскопия и микроскопия на основе острофокусированных ионных пучков. В основе данных методов лежит принцип зондового сканирования поверхности объектов и регистрации частиц, излучений, силовых и электростатических взаимодействий между зондом и исследуемой поверхностью.

Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) стал важнейшим инструментом нанотехнологий. Зондовые микроскопы, включающие сканирующие туннельные, атомно-силовые, магнитные и оптические микроскопы, позволяют не только видеть атомы и наночастицы, но и манипулировать ими, создавая новые наноструктуры.

Зондовые методы исследований наноструктур связаны с решениями фундаментальных проблем физики катализа, электроники, коррозионной стойкости, прочности и энергоемкости материалов. Отличие данных методов заключается в природе физических явлений и эффектов, возникающих при взаимодействии зонда с твердым телом.

В табл. П1 приведены основные методы, средства и измеряемые свойства нанообъектов.

Изображения, получаемые с СЗМ, достаточно легко интерпретировать. В случае же электронной или оптической микроскопии изображение базируется на сложных электромагнитных дифракционных эффектах. Поэтому иногда могут возникнуть затруднения при определении, является ли некоторый элемент микрорельефа поверхности выступом или впадиной. На СЗМ-изображении выступ однозначно предстает выступом, а впадина ясно видна как впадина. Кроме того, на получаемых при помощи оптических или электронных микроскопов изображениях плоского образца, состоящего из чередующихся отражающих и поглощающих участков, могут возникать искусственные изменения контрастности. СЗМ же практически безразличны к изменениям оптических или электронных свойств и дают информацию об истинной топографии поверхности.

СТМ имеют ряд уникальных возможностей, таких как:

- неразрушающий характер анализа поверхности материала, обусловленный отсутствием механического контакта образца и низкой энергией туннелирующих электронов;
- разрешение на атомном уровне;

- получение реального трехмерного изображения рельефа поверхности;
- работа не только в вакууме, но и на воздухе.

Однако область применения СТМ ограничивается проводящими объектами.

При сопоставимых параметрах с РЭМ по чувствительности и локальности АСМ имеет ряд преимуществ, включая уникальные, присущие СТМ:

- возможность исследования материалов различной природы, включая диэлектрики, которые не могут исследоваться методом РЭМ без потери в разрешающей способности вследствие «зарядки» поверхности образца;
- проведение измерений при атмосферных условиях;
- неразрушающий характер воздействия на образец;
- возможность получения характеристик материалов, структур и приборов по электрофизическим параметрам.

Кроме того, в отличие от РЭМ, который дает псевдотрехмерное изображение поверхности образца, АСМ позволяет получить истинно трехмерный рельеф поверхности. Непроводящая поверхность, рассматриваемая с помощью АСМ, не требует нанесения проводящего металлического покрытия, которое часто приводит к заметной деформации поверхности. Для нормальной работы РЭМ требуется вакуум, в то время как большинство режимов АСМ могут быть реализованы на воздухе или даже в жидкости. Данное обстоятельство открывает возможность изучения биомолекул и живых клеток. В принципе АСМ способен дать более высокое разрешение, чем РЭМ. Например, АСМ в состоянии обеспечить реальное атомное разрешение в условиях сверхвысокого вакуума. Сверхвысоковакуумный АСМ по разрешению сравним со сканирующим туннельным микроскопом и просвечивающим электронным микроскопом. Разрешение СЗМ не ограничено дифракцией, ограничением является только размер объема взаимодействия зонда и образца, т.е. несколько пикометров (10^{-12} м).

К недостатку АСМ при его сравнении с РЭМ следует отнести небольшой размер поля сканирования. РЭМ в состоянии просканировать область поверхности размером несколько миллиметров в латеральной плоскости с перепадом высот в несколько миллиметров в вертикальной плоскости. У АСМ максимальный перепад высот составляет несколько микрон, а максимальное поле сканирования в лучшем случае порядка 150×150 мкм. Другая проблема заключается в том, что при высоком разрешении качест-

во изображения определяется радиусом кривизны кончика зонда, что при неправильном выборе зонда приводит к появлению артефактов на получаемом изображении.

Обычный АСМ не в состоянии сканировать изображения так же быстро, как это делает РЭМ. Для получения АСМ-скана, как правило, требуется несколько минут, в то время как РЭМ после откачки способен работать практически в реальном масштабе времени, хотя и с относительно невысоким качеством. Достаточно медленная скорость развертки АСМ часто приводит к появлению на изображении искажений, вызываемых тепловым дрейфом, ограничивая тем самым возможности микроскопа при точном измерении элементов сканируемого рельефа.

Изображения, полученные на АСМ, могут быть искажены гистерезисом пьезокерамического материала сканера, а также перекрестными паразитными связями, действующими между X , Y , Z элементами сканера, что может потребовать программной коррекции. Современные АСМ используют программное обеспечение, которое вносит исправления в реальном масштабе времени (ориентированное сканирование), либо сканеры, снабженные замкнутыми следящими системами, которые практически устраняют данные проблемы. Некоторые АСМ вместо пьезотрубки используют X , Y и Z элементы сканера, механически несвязанные друг с другом, что также позволяет исключить часть паразитных связей.

Основные технические сложности, характерные для АСМ:

- создание иглы, заостренной действительно до атомных размеров;
- обеспечение механической (в том числе тепловой и вибрационной) стабильности на уровне лучше $0,1 \text{ \AA}$;
- разработка детектора, способного надежно фиксировать столь малые перемещения;
- получение развертки с шагом в доли ангстрема;
- обеспечение плавного сближения иглы с поверхностью.

В обзоре атомно-силовых микроскопов («Фотоника» № 5, 2007) предпочтение отдано микроскопам компании VEECO (Nanoscope, США, www.veeco.com), представленной на рынке с 1945 года. Сначала она производила приборы для определения утечек газа, а сейчас – крупнейший производитель высокотехнологичного оборудования, в том числе АСМ,

ранее выпускавшихся под торговой маркой Nanoscope компанией Digital Instruments.

Модельный ряд микроскопов очень разнообразен. В нем представлены приборы для исследования образцов больших размеров (до 200 мм в диаметре), приборы, ориентированные на сканирование с большой скоростью и на сканирование в жидкости. Параметры универсального микроскопа Mutimode 5 этой компании приведены в табл. П2.

Дополнительно АСМ позволяет работать с образцами при контролируемом нагреве и охлаждении от -35 до 250°C .

Существует мнение, что лучшим из микроскопа компании VEECO был Nanoscope 3. Сейчас приборы стали значительно сложнее. Они содержат много дополнительной электроники, которая не только расширяет функциональные возможности, но и увеличивает уровень шума. Это, однако, не мешает им обеспечивать максимум удобства и получение хороших изображений.

Сегодня в мире в широком ассортименте выпускаются СЗМ и принадлежности к ним. Среди наиболее известных фирм можно назвать Digital Instruments, Park Scientific Instruments, Omicron, Topometrix, Burleigh и др. Цены на них колеблются в широких пределах – от 40 тыс. долларов за простейший АСМ до 100 – 200 тыс. долларов и выше в зависимости от комплектации и спектра решаемых задач.

Цены на микроскопы компании VEECO традиционно высоки. Сейчас компания стала выпускать «бюджетные» модели ценой порядка 60 тыс. долларов США. Например, модель Caliber.

Конкурент компании VEECO – компания Asylum Research (США, www.asylumresearch.com) – выделилась из компании Digital Instruments (DI, США) в 1998 году. Компания выпускает микроскопы, в которых объединены функции сканирующего атомно-силового и оптического (Nicon, Zeiss или Olympus) микроскопов. Технику АСМ при этом можно комбинировать с различными оптическими методами, в том числе с флуоресцентной микроскопией, что может быть полезно в биологических приложениях. Микроскопы этой фирмы допускают работу с образцами при контролируемом нагреве (до 80°C при точности $0,1^{\circ}\text{C}$ или до 300°C при точности $0,3^{\circ}\text{C}$).

Наиболее крупная российская компания, производящая АСМ – NT-MDT (Зеленоград, основана в 1991 году, www.ntmdt.ru) – работает под торговыми марками: Integra (Интегра), Solver (Солвер) и Smena (Смена). Она

производит широкий модельный ряд приборов. Из указанного ряда наиболее универсальные приборы Integra и Solver.

У микроскопа Solver Pro-M в процессе сканирования может перемещаться как образец, так и зонд; возможно также одновременное сканирование зондом и образцом (при их одновременном перемещении). При этом максимальное поле сканирования составляет $150 \times 150 \times 15$ мкм.

Smena – компактный простой микроскоп, рассчитанный на широкий круг пользователей.

В последнее время компания NT-MDT разработала новый продукт Integra, который допускает размер скана до $200 \times 200 \times 20$ мкм, может работать в жидкости, а также использует управляемое охлаждение и нагревание. В нем воплощена концепция «Нанолаборатории», а сам продукт Integra имеет целый ряд специализированных опций: Прима, Аура, Максимум, Вита, Солярис, Томо, Спектра (подробнее см. раздел Products на сайте компании).

Компания «Центр перспективных технологий» (ЦПТ, www.nanoscopy.net) выпустила свой первый микроскоп в 1990 году. Это был первый российский туннельный микроскоп. Политика компании – поддержка низких цен на выпускаемую продукцию. Модельный ряд микроскопов здесь не столь велик, а базовая модель – FemtoScan 001. Микроскоп позволяет работать с контролируемым нагревом образцов (до 80°C при точности $\pm 0,05^\circ\text{C}$). В предлагаемом компанией программном продукте предусмотрены специальные приложения для проведения измерений по сети Интернет. Эта особенность уникальна и полезна в целом ряде случаев.

Еще один российский производитель – компания/концерн «Наноиндустрия» (www.nanotech.ru) – производит только туннельный микроскоп модели «Умка».

Компания Agilent Technologies (www.agilent.com), бывшее подразделение компании Hewlett-Packard, сегодня (кроме прочего оборудования) выпускает и АСМ. В частности, есть две модели: Agilent 5500 и более дешевая Agilent 5100, которая обладает всеми основными возможностями модели 5500.

Все микроскопы компании Agilent позволяют сканировать в специальном режиме МАС. Это запатентованный компанией режим сканирования деликатных образцов в жидкости. Микроскоп оборудован не только стандартной (стационарной) ячейкой для жидкости, но и ячейкой для проточной жидкости. Предусмотрены различные держатели для образцов, на-

пример держатель для чашки Петри. Возможна также работа с образцами при контролируемом нагреве и охлаждении (от -35 до 250° С).

Еще одна компания, которую следует отметить, – корейская PSIA (дочернее отделение компании Park Scientific Instruments, www.psiainc.com). Сегодня компания выпускает несколько типов микроскопов. Базовый микроскоп – XE-100. В микроскопе XE-150 увеличен допустимый размер образцов до 200×200×20 мм и их вес – до 1 кг. Важно то, что файлы изображений микроскопа PSIA дают возможность работать в любых системах обработки изображений.

В табл. П2 также представлены модели АСМ ряда других фирм – производителей (WITec, Micro Photonics, Ampios Technology и Omicron), которые можно встретить на российском рынке.

Наиболее продвинутые фирмы активно участвуют в разработке широкого спектра измерительного и испытательного оборудования для nano-индустрии (компании «ТОКИО БОЭКИ», «НТ-МДТ», «BRUER», НПП «Центр перспективных технологий», научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума», «Неч Гереэбау» («Netzsch Gerätebau»), Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов Nanofactory Instruments AB (Швеция), Торговый дом «Научное оборудование», компания «ЛАБТЕСТ», компания «Ниеншанц», ООО «Лаборатория АМФОРА», CSM-INSTRUMENTS, Agilent, Beskman Coulter. Характерно, что в Германии только в округе Северный Рейн – Вестфалия создано 500 предприятий, занимающихся проблемами nanoиндустрии.

По метрологическому обеспечению работ в области нанотехнологий достигнуты неплохие результаты в сфере:

- исследований и разработки методов и средств калибровки сканирующих зондовых микроскопов;
- создания нового поколения приборов с минимальными температурными градиентами для контроля прецизионных деталей в нанометровом диапазоне;
- исследования бесконтактной очистки иглы сканирующего туннельного микроскопа от налипающих на нее наночастиц при работе в атмосфере;
- влияния свойств физического вакуума на предельные возможности нанотехнологий;
- моделирования и классификации наноструктур на основе четырехзначной логики;

- самоорганизации, самоформирования, самосборки для практической реализации нанотехнологий;
- реализации удаленного доступа к сканирующему туннельному и атомно-силовому микроскопам в режиме реального времени.

Несмотря на множество достоинств прямых методов исследования нанопорошков и наноматериалов, имеет место ряд препятствий (барьеров) на пути исследования наночастиц или зерен сложной (несферической) формы. Большинство методик основаны на исследовании 2D-изображений и расчете 2-мерных параметров. Однако подобная методика и соответствующие расчеты корректны для сферических частиц. В случаях, когда изображение состоит из изображений сечений зерен, в предположении сферичности форм объектов, необходимо применять стереологические методики.

Национальные метрологические институты стран, с наиболее развитыми нанотехнологическими направлениями, создают специальные научно-исследовательские лаборатории, оснащенные современными средствами измерений, зачастую совмещенными с соответствующим технологическим оборудованием.

Наиболее известны подразделения метрологии Института стандартов и технологии – NIST (США), Национальной физической лаборатории – NPL (Великобритания), Физико-технического института – PTB (Германия), Национального метрологического института – LNE (Франция).

Оснащение данных лабораторий включает в себя ряд приборов, позволяющих проводить измерения физических величин в нанометровом диапазоне. К ним относятся сканирующие электронные микроскопы (СЭМ), просвечивающие электронные микроскопы (ПЭМ), сканирующие туннельные микроскопы (СТМ), атомно-силовые микроскопы (АСМ), микроскопы ближнего поля, конфокальные микроскопы, интерференционные микроскопы и ряд других приборов, обеспечивающих наивысшее разрешение по измеряемым физическим величинам при нанометровых размерах исследуемого объекта.

Однако в процессе исследований различных наноструктур возникло понимание, что для решения задач обеспечения единства измерений параметров наноструктур данной приборной базы недостаточно. Возникла необходимость значительно повысить точность измерений и увеличить количество измеряемых параметров. Поскольку пока не разработаны прибо-

ры, основанные на новых физических принципах, повышение точности приборов, приведенных выше, достигается за счет увеличения стабильности параметров окружающей среды, обеспыливания, всесторонней защиты от различных внешних воздействий.

Получение информации о различных физических параметрах нанообъекта во многих случаях может быть достигнуто только путем одновременного измерения ряда физических параметров. Поскольку при переносе объекта от одного прибора к другому ряд его свойств может существенно измениться.

Это привело к созданию комбинированных приборов, позволяющих, например, без выноса образца в атмосферу исследовать один и тот же участок образца методами сканирующей электронной микроскопии, атомно-силовой микроскопии, ближнепольной оптической микроскопии, дифрактометрии, поляриметрии и т.д.

Приборы подобного типа разработаны и используются в Национальной физической лаборатории. Например оптико-рентгеновский интерферометр и атомно-силовой микроскоп в комбинации с рентгеновским интерферометром.

Ввиду того, что появляется большое количество наноструктурированных материалов с новыми свойствами, количество нормируемых параметров, требующих проведения измерений, постоянно возрастает. Также возникает необходимость создавать стандартные образцы новых наноструктурированных материалов и аттестовывать их. Поэтому для создания и исследования новых свойств наноструктурированных материалов необходимо иметь возможность проводить изготовление таких материалов, а также оказывать на них различные воздействия в процессе измерений.

Требованиям соответствует измерительно-технологическая установка высшей точности для создания и исследования наноструктур, созданная в NIST (США). Установка считается одним из наиболее совершенных инструментов для исследований наноструктурированных материалов.

Для повышения достоверности регистрации параметров нанообъекта его исследование осуществляется непосредственно сразу после изготовления, причем транспорт объекта из технологической камеры в измерительную осуществляется с помощью специального робота в сверхвысоком вакууме. Это позволяет, например, в течение нескольких часов исследовать свойства поверхности, свободной от газового монослоя.

Установка Cross Beam 1540 оснащена двумя электромагнитными колоннами, обеспечивающими подачу на образец сфокусированного электронного и ионного пучков. Электронный пучок используется для наблюдения структуры образца, ионный пучок используется для создания и обработки образца. В электронном пучке достигается разрешение 0,8 нм.

Существующие на сегодняшний день стандартные методики РЭМ, СТМ и АСМ не позволяют напрямую количественно оценить многие параметры наблюдаемых объектов без проведения дополнительной, весьма сложной, подготовки исследуемых объектов, создания текстовых структур и получения на них калибровочных зависимостей, интерпретации полученных результатов. Тем не менее, РЭМ, АСМ и СТМ являются на сегодня наиболее распространенными в практике СЗМ-технологиями. Большинство промышленно выпускаемых устройств обычно разработаны таким образом, что для добавления к прибору новых функций и возможностей достаточно переоснастить его основной блок, заменив отдельные небольшие части. Иногда единственным необходимым изменением является переключение из одного режима в другой непосредственно в обслуживающей компьютерной программе. С этой целью, например, установка Cross Beam 1540 оснащена детекторами, позволяющими с высокими разрешением и контрастом наблюдать наноструктуру образца и исследовать его состав. В их число входят:

- детектор отраженных электронов с селекцией по углу и энергии;
- детектор вторичных электронов;
- детектор для работы в просвечивающем режиме;
- анализ катодолюминесценции;
- рентгеновский спектрометр;
- квадрупольный масс-спектрометр.

В установке Cross Beam 1540 система подачи в область ионного луча поочередно пяти газовых смесей и позволяет наносить вольфрам, углерод, платину, золото, а также дифторид ксенона, а ионный пучок установки осуществляет ионно-лучевое травление образца, которое используется в различных исследовательских целях, а также при конструировании наноструктур.

Для исследования атомарной структуры нанообъектов в составе измерительно-технологического комплекса целесообразно иметь просвечи-

вающий электронный микроскоп (ПЭМ). Рекордным по разрешению и одновременно коммерчески доступным является ПЭМ «Либра 200» фирмы «Карл Цейс», обеспечивающий разрешение до 0,8 Å.

В состав измерительно-технологического комплекса необходимо включить приборы, обеспечивающие измерение оптико-физических параметров наноструктурированных материалов. К таким приборам относятся ближнепольный сканирующий оптический микрофотолюминесцентный спектрометр NFS-2000/300 фирмы Jasco (Великобритания).

Для исследования нанообъектов со сложной трехмерной топологией, в том числе в приложении нанобиотехнологий, в составе измерительно-технологического метрологического комплекса необходим конфокальный сканирующий микроскоп. Одним из лучших образцов таких приборов является конфокальный сканирующий микроскоп-спектрометр Leica TCS SPE, фирмы Leica Microsystems.

Экспертные оценки показывают, что совершенствование метрологического обеспечения нанотехнологий требует существенных материальных затрат, сопоставимых с основными фондами производства.

По расчетам, приведенным в статье «Метрологическое обеспечение нанотехнологий» (Управление качеством. № 12, 2008, с. 40 – 44), примерный состав измерительной аппаратуры для обеспечения единства измерений параметров наноструктурированных объектов и материалов в современном представлении должен включать:

- установку Gross Beam 1540 в полной комплектации – 2 млн. евро;
- просвечивающий электронный микроскоп Либра 200 – 2 млн. евро;
- ближнепольный микроскоп-спектрометр Jasco NFS-200/300 – 500 тыс. евро;
- конфокальный сканирующий микроскоп-спектрометр Leica TCS SPE – 350 тыс. евро.

Ориентировочная стоимость приборов для создания измерительного комплекса в указанной комплектации составляет около 4,85 млн. евро.

Методы микроскопии применительно к исследованиям структуры наноразмерных объектов носят сугубо локальный характер. Тем самым обеспечивается достаточно точное описание отдельных элементов, но, с другой стороны, вносит погрешность в силу необъективности в выборе анализируемой поверхности. Во избежание возможной неоднозначности следует получить несколько изображений образца в ряде его произвольных

расположений. Кроме того, полезно произвести наблюдения с помощью микроскопа при разных увеличениях.

Поэтому основная рекомендация сводится к использованию нескольких методик и сопоставлению получаемых результатов. Практика показывает, что при этом исключаются недостатки и систематические погрешности рутинных измерений. В результате две дополняющие друг друга методики дают больше полезной информации, чем каждая из них в отдельности.

Глава 3. НЕСТАБИЛЬНОСТЬ, ТОЧНОСТЬ И НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ НАНОИЗМЕРЕНИЙ

3.1. Основные положения

Понятие точности в наноиндустрии трактуется весьма широко. Это и точность самого средства измерения (СИ), и точность результата измерения, и точность взаимного позиционирования объекта и сканирующего (или измерительного) инструмента.

Точность средства измерения характеризует качество СИ как близость его погрешности к нулю.

Точность результата измерений (или точность измерений) также характеризует качество измерений, отражающее близость к нулю погрешности результата измерений. Эти характеристики подробно изложены в соответствующих стандартах Государственной системы измерений (ГСИ), поэтому более подробно остановимся на понятии позиционирования.

Точность позиционирования в нанотехнологии определяется тем, что производство наноизделий всегда связано с прецизионным позиционированием (нанопозиционированием). Нанопозиционирование – установка исследуемого объекта (или зонда) в требуемое положение в заданной системе координат. При этом абсолютные погрешности определения координат не превосходят единицу нанометра.

Не менее чем точность перемещений, важна точность геометрической формы инструментов. Более точные инструменты позволяют, в свою очередь, повысить точность измерений и производства. Нанотехнология часто требует острых и тонких инструментов правильной формы. Современные зонды быстро изнашиваются, отсюда возникает потребность в их точном измерении, прецизионной коррекции работы механизмов позиционирования в соответствии с износом, определении оптимальной частоты смены инструмента, в связи с чем в Японии уже разработаны и используются методы и модели точного расчета геометрии зондов СЗМ. Эллипсометр Nanofilm позволяет измерять толщину пленок с вертикальным разрешением 0,1 нм на поверхности объектов произвольной формы с формированием высококонтрастной карты толщины с микрометровым горизонтальным разрешением. Точные измерения межмолекулярных сил, линейных размеров наноструктур и молекул, их механических свойств являются основой теоретического осмысления, разработки систем компьютерного

моделирования и проектирования наносистем. Исследования точной обработки наноструктур, прецизионного позиционирования и пространственной метрологии направлены на разработку технологий, необходимых для производства эталонов с атомной точностью и заданной структурой. Это позволит достигнуть достаточного контроля состава и структуры нанообъектов для воспроизведения атомных структур в промышленных масштабах.

Весьма перспективна возможность силового позиционирования с помощью магнестрикционных материалов, обусловленная эффектом магнестрикции. При приложении магнитного поля к стриктору происходит изменение ориентации магнестрикционных доменов, приводящее к возникновению значительных усилий. Стриктор – конструктивный элемент из материала, претерпевающего изменение длины при изменении приложенного к нему магнитного поля.

Созданные в NANOTECH линейные нанопозиционеры обеспечивают в пределах 4 мм разрешение 0,6 нм при ручном управлении. Аналогично сконструированный линейный нанопозиционер, в котором позиционирование магнитной системы производится с помощью шагового двигателя, управляемого компьютером, обеспечивая минимальное разрешение на уровне 0,01 нм.

Система нанопозиционирования Mad City Labs Nano-PDQ позволяет достичь результатов, приведенных в табл. 3.1.

Таблица 3.1

Технические характеристики нанопозиционера

Диапазон перемещения (X)	50 мкм
Диапазон перемещения (Y)	50 мкм
Диапазон перемещения (Z)	50 мкм
Разрешение	0,1 нм
Резонансная частота (X)	2,5 кГц \pm 20 %
Резонансная частота (Y)	1,5 кГц \pm 20 %
Резонансная частота (Z)	1,0 кГц \pm 20 %
Скорость сканирования (полная амплитуда)	до 400 Гц
Коэффициент жесткости	3,0 Н/мкм
Максимальная нагрузка (горизонтальная)	0,5 кг
Максимальная нагрузка (вертикальная)	0,2 кг

В российских стандартах по поверке и калибровке микроскопов, используемых в наноиндустрии [8 – 14], в качестве наименьшего дискретно-

го элемента изображения информативного сигнала используется пиксел (пиксель). Это обусловлено тем, что основным «кирпичиком», из которых строятся все компьютерные изображения, является элемент картинки или пиксел. Пиксел – это световое пятно на экране дисплея, которое может принимать различные оттенки. Любое изображение вне зависимости от его сложности – это всего лишь совокупность пикселов.

В литературе и общении используются два произношения: пиксел (английское) и пиксель (французское). Пиксель – это сокращение слов *picture element* («условная точка» или «элемент изображения»). Анализ, проведенный по источникам Интернета (Ю.А. Сманцер, <http://www.kv.by/index.ru>), свидетельствует о том, что написание и произношение «пиксел, пиксели» является более корректным, чем «пиксель, пиксели», несмотря на распространенность последнего варианта. Ю.А. Сманцер советует: «На вопрос, как произносить и писать термин “пиксел(ь)”, пусть каждый ответит сам, выбор за вами. Однако не забывайте о корректности, если она вам необходима. Термин все-таки англоязычный».

Все пиксели одного изображения имеют одинаковый размер. Изначально размер пиксела определен разрешением, с которым было сканировано или оцифровано изображение. Так, разрешение в 600 пикселов на дюйм указывает, что размер каждого пиксела равен 1/600 дюйма. При более высоком входном разрешении генерируются пиксели меньшего размера, что, в свою очередь, обеспечивает большее количество информации и вероятных деталей на единицу времени измерения, а также большую плавность тоновых переходов. Изменив разрешение, можно изменить размер пиксела. Понятие «размер пиксела» (и обратная ему величина – количество пикселов на дюйм) напрямую связано с разрешением матрицы монитора – чем выше ее разрешение, тем меньше расстояние между соседними пикселями и, тем самым, выше четкость изображения.

При попытке напечатать ровно один пиксел, разные программы будут выдавать разные результаты. В среднем сторона (диаметр) одного напечатанного на бумаге пиксела равна 0,35 мм. Любой пиксел состоит из пяти элементов информации: положение по вертикали, положение по горизонтали, яркость красного, яркость синего и яркость зеленого цвета. Совместно эти элементы информации позволяют поместить точку правильного цвета в правильном месте на экране. Все пиксели, заполняющие экран, вместе образуют один видеокادر. Параметр «пиксел» используется также

для оценки разрешающей способности монитора. Чем больше пикселей может отображать ваш монитор – тем лучше.

3.2. Измерение линейных размеров рельефных наноструктур

Развитие нанотехнологии неразрывно связано с измерением линейных размеров рельефных элементов на поверхности твердого тела. В настоящее время такие измерения выполняют на растровых электронных микроскопах (РЭМ). В мировой практике применения РЭМ для этих целей наметились два подхода: один из них связан с использованием низковольтных (менее 3 кВ), другой – высоковольтных (более 15 кВ) микроскопов.

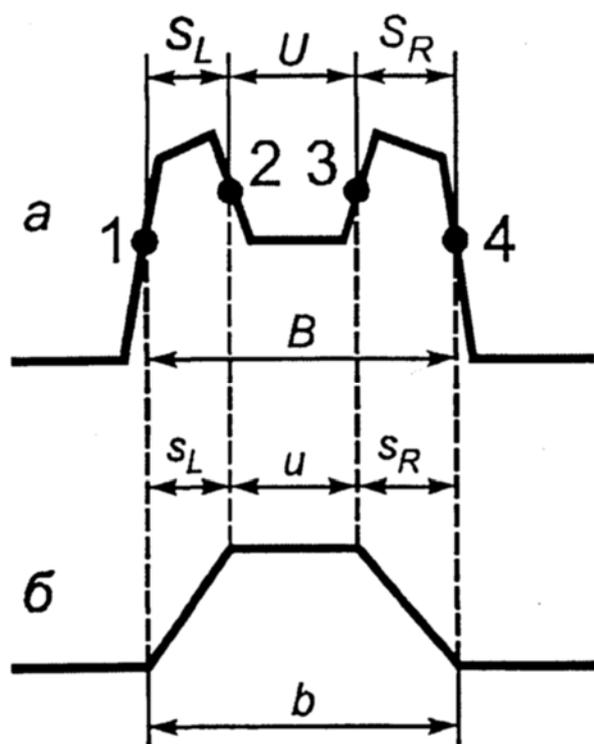


Рис. 3.1. Форма сигнала (а), получаемого при сканировании на высоковольтном РЭМ, выступа (б) с трапециевидным профилем и большими углами наклона боковых стенок. Параметры сигнала и их связь с параметрами выступа показаны штриховыми линиями

По методике [16, 20] задачу сравнения процедуры измерений на разных типах РЭМ можно разбить на три составляющие. Во-первых, необходимо правильно выбрать объект измерения и исследовать его на обоих типах микроскопов. Во-вторых, надо иметь методы калибровки этих микроскопов (определения основных параметров, таких как увеличение и диаметр зонда). В-третьих, необходимо иметь методы измерения линейных размеров на этих типах РЭМ, которые в принципе могут быть различными.

В качестве объекта измерения лучше всего подходит рельефная структура тест-объекта МШП-2,0К, который представляет собой набор рельефных шаговых структур, выполненных на поверхности кремния с помощью анизотропного травления. Аббревиатура МШПС-2,0К расшифровывается как мера ширины и периода, специальная, номинальный размер 2,0 мм, кремниевая. Мера име-

ет трапециевидную форму профиля, а в качестве аттестуемых параметров – шаг и ширину линии элемента рельефа (выступа).

Сканирование трапециевидных структур с большими углами наклона боковых стенок на высоковольтных РЭМ, работающих в режиме регистрации вторичных медленных электронов, приводит к формированию сигнала, форму которого поясняет рис. 3.1. При условии

$$u \gg d, \quad (3.1)$$

где d – эффективный диаметр электронного зонда РЭМ (сфокусированный на поверхность объема диаметра электронного пучка).

Связь параметров выступа и видеосигнала можно описать выражениями:

$$\begin{aligned} b &= mB; \\ u &= mU; \\ s_L &= mS_L; \\ s_R &= mS_R. \end{aligned} \quad (3.2)$$

Здесь m – масштабный коэффициент изображения РЭМ, связанный с увеличением микроскопа M выражением $m = 1/M$.

Величина m была названа размером пиксела и это название утвердилось.

Из рис. 3.1 следует, что нижние границы выступа соответствуют точкам 1 и 4 на сигнале, а верхние границы – точкам 2 и 3. При соблюдении условия (3.1) автоматически выполняются условия

$$b \gg d; \quad s_{L,R} \gg d. \quad (3.3)$$

Поэтому на видеосигналах положения точек 1 – 4 (см. рис.3.1, а) можно легко определить. Однако при малых размерах верхнего основания выступа условия (3.3) будут выполняться, а условие (3.1) – нет. В этом случае положения точек 1 и 4 определить легко, а точек 2 и 3 – затруднительно.

Современные новые растровые электронные микроскопы имеют диаметры зондов 10 – 30 нм. Поэтому для таких РЭМ доступны для исследования только структуры с шириной верхнего основания $u \geq 30 \text{ нм}$. Именно это и было отражено в стандарте [8], где в качестве нижней границы размеров верхних оснований выступов выбрано значение 30 нм.

Однако есть и другой подход, состоящий в том, что параметры выступа связаны выражением $b = u + s_L + s_R$. Поэтому, измерив величины b, s_L и s_R , можно найти размер верхнего основания выступа

$$u = b - (s_L + s_R). \quad (3.4)$$

Значения s_L и s_R можно определить после обработки сигнала, зарегистрированного на РЭМ при сканировании зондом одиночных левой и

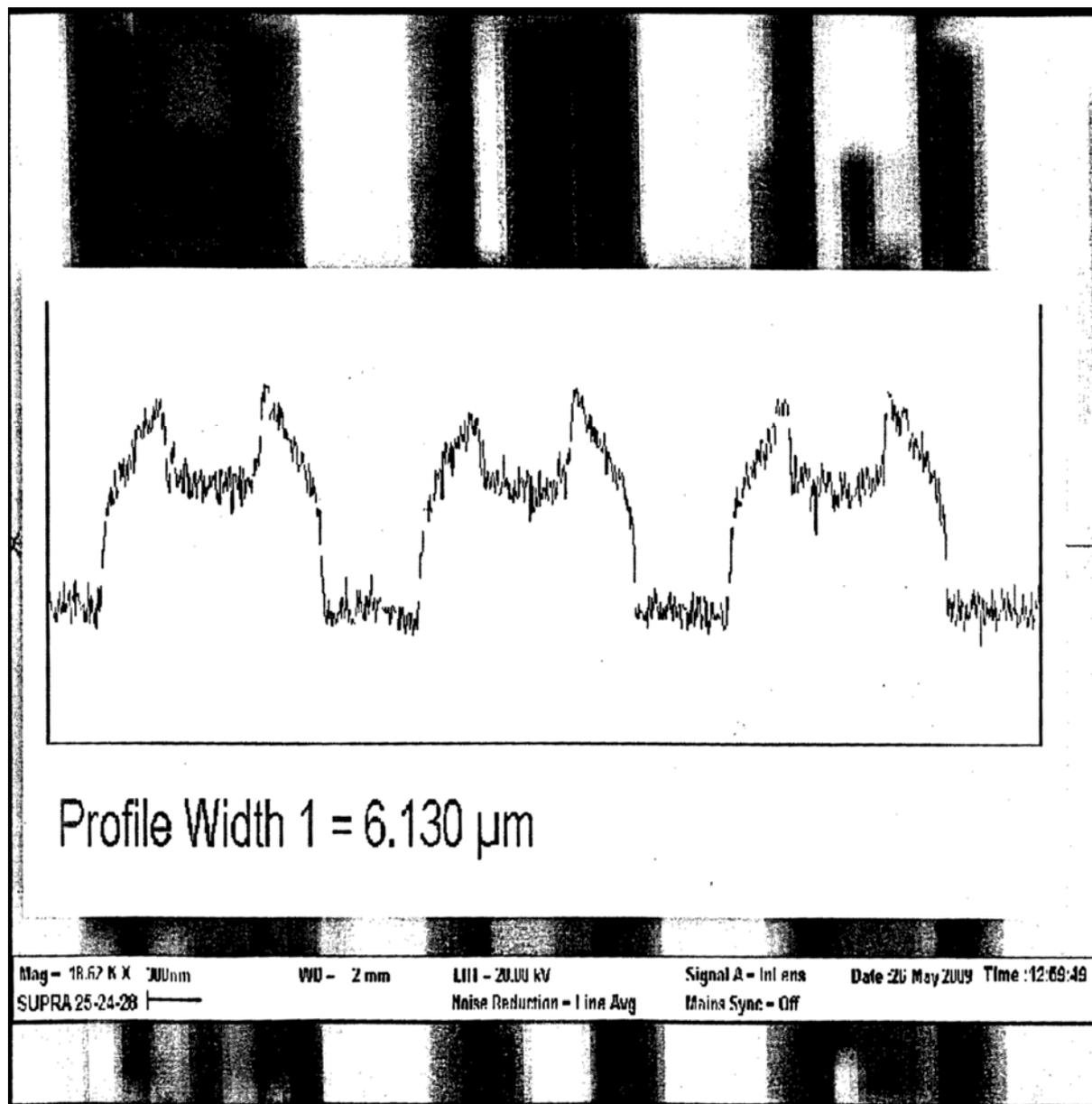


Рис. 3.2. Изображения шаговой структуры тест-объекта МШПС-2,0К и видеопрофиля, полученных на РЭМ

правой ступенек рельефа, если удастся доказать, что проекции наклонных стенок у одиночных ступенек и у выступов одинаковы. Такие эксперименты были выполнены на низковольтном РЭМ, входящем в электронно-оптическую метрологическую систему (Electron optical metrological system (EOMS), РТВ, Германия).

Авторы [31] отмечают большую погрешность измерения размеров верхних оснований выступов по методу 2. Это связано с разностным мето-

дом определения размера выступа (выражение (3.4)). В настоящее время уменьшить погрешность не представляется возможным. Все упирается в эффективный диаметр зонда используемого РЭМ. Для уменьшения погрешности измерений необходимо использовать метод 1 (выражение (3.2)), но это возможно только при выполнении условия (3.1), а для этого необходимы растровые электронные микроскопы с эффективными диаметрами зондов менее 2 нм, что в настоящее время неосуществимо. Лучшие РЭМ имеют минимальный размер эффективного диаметра зонда 10 нм. И это только для нового РЭМ. Эксплуатация в течение одного-двух лет ухудшает параметры растрового электронного микроскопа.

Тем не менее, конструкция тест-объекта измерений позволяет не только легко находить любой элемент любой шаговой структуры, но и выделять на выбранном рельефном элементе один и тот же фрагмент, что дает возможность исключить ошибки, связанные с неодинаковостью разных элементов, обусловленные технологией изготовления самого объекта.

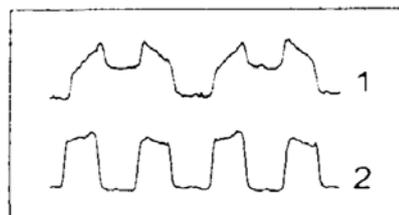


Рис. 3.3. Видеосигналы изображений, полученных на растровых электронных микроскопах CamScan S-4 (сигнал 1) и S-6200H (сигнал 2) при сканировании шага (два выступа и канавка между ними) измеряемого тест-объекта МШПС-2,0К

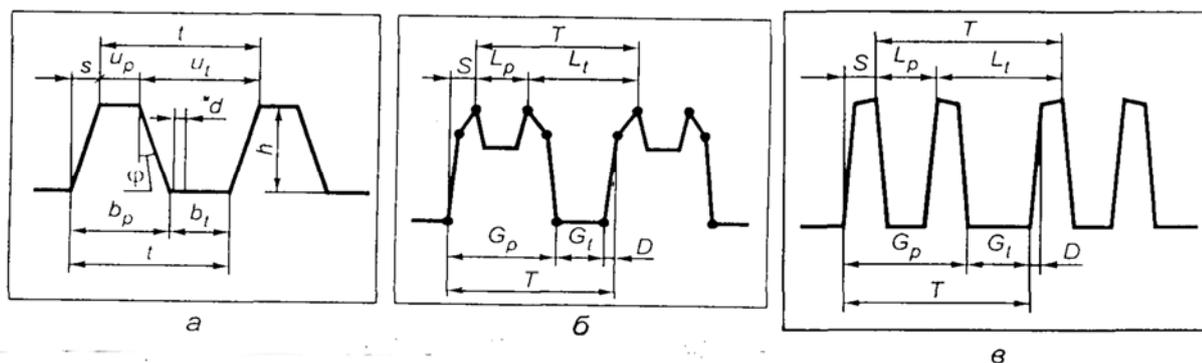


Рис. 3.4. Схема шаговой структуры (а) и сигналов, получаемых при ее сканировании с большим наклоном боковых стенок в высоко- (б) и низковольтном (в) РЭМ, и определения их параметров

На рис. 3.2 приведены изображения шаговых структур тест-объекта МШПС-2,0К и видеопрофиля на фоне меры. На рисунке четко видно: темные линии – это впадины, более светлые – выступы, а совсем светлые – боковые плоскости меры.

На рис. 3.3 показаны сигналы, полученные на высоковольтном (кривая 1) и низковольтном (кривая 2) микроскопах.

Схемы шаговой структуры, имеющей трапециевидный профиль элементов, и сигналов высоко- и низковольтного РЭМ, с помощью которых описываются параметры их реальных сигналов, а также определение параметров структуры и сигналов представлены на рис. 3.4, из которого следует, что форма сигналов обоих микроскопов (см. рис. 3.3) хорошо совпадает с формой модельных сигналов (см. рис. 3.4, б и в) для этих микроскопов.

Выбор в качестве объекта измерений шаговой структуры позволяет существенно упростить калибровку обоих типов РЭМ. Измерение увеличения M микроскопа осуществляется в этом случае при помощи аттестованного значения шага структуры t и определенного на изображении значения параметра T , который характеризует шаг на изображении (сигнале):

$$M = T / t . \quad (3.5)$$

Такая калибровка увеличения легко осуществляется как на низковольтных, так и на высоковольтных РЭМ. Однако в настоящее время в связи с использованием цифровых изображений параметр увеличения теряет свой физический смысл. Поэтому в качестве параметра РЭМ, характеризующего увеличение, используют размер пиксела

$$m = 1 / M = t / T . \quad (3.6)$$

Диаметр d электронного зонда РЭМ можно определить из выражения

$$d = mD = Dt / T . \quad (3.7)$$

Калибровку РЭМ можно осуществить и с использованием проекции боковой наклонной стенки выступов и канавок шаговой структуры МШПС-2,0К:

$$m = s / S ; \quad (3.8)$$

$$d = Ds / S . \quad (3.9)$$

Такая калибровка в ряде случаев даже более выгодна, чем при помощи выражений (3.5) и (3.7), так как в силу особенностей технологии изготовления тест-объекта МШПС-2,0К проекция боковой наклонной стенки имеет меньший разброс значений по всему тест-объекту, чем шаг.

Отметим, что методы калибровки обоих типов РЭМ одинаковы. Это обусловлено выбором в качестве тест-объекта, с помощью которого осуществляется калибровка микроскопов, шаговых структур МШПС-2,0К.

Методы измерения линейных размеров рельефных элементов полностью определяются физическими механизмами формирования изображе-

ний в РЭМ и режимом сбора вторичных электронов. Вторичные электроны возникают в результате взаимодействия электронного зонда с исследуемым объектом. Если энергия электронов не превышает 5 эВ, то они считаются медленными.

Энергия вторичных электронов лежит в диапазоне от нуля до E , где E – энергия первичных электронов в зоне микроскопа. Для низковольтных РЭМ значение E составляет менее 3 кэВ. Современные детекторы вторичных электронов не позволяют различать электроны по энергиям в такой области. Поэтому низковольтный электронный микроскоп имеет только один режим сбора вторичных электронов.

Диапазон энергий, в котором лежат вторичные электроны высоковольтных РЭМ, составляет от нуля до десятков килоэлектрон-вольт. Современные детекторы вторичных электронов, применяемые в растровых электронных микроскопах, обычно разделяют низко- (менее 50 эВ) и высоковольтные (более 2 кэВ) вторичные электроны. Поэтому высоковольтные РЭМ имеют два режима сбора вторичных электронов: сбор вторичных медленных и обратнорассеянных электронов.

Установлено, что режим сбора обратнорассеянных электронов является нелинейным, т.е. он вносит нелинейные геометрические искажения в форму изображения рельефных элементов и поэтому не может применяться для измерения линейных размеров.

В силу высказанных соображений для высоковольтных микроскопов был выбран режим сбора вторичных медленных электронов. В этом режиме при условии, что размеры всех элементов шаговой структуры много больше диаметра d электронного зонда РЭМ:

$$s = htg\varphi \gg d; \quad u_{p,t} \gg d; \quad b_{p,t} \gg d, \quad (3.10)$$

формы сигналов высоко- и низковольтных РЭМ будут иметь вид, показанный на рис.3.3, б и в соответственно. Условия (3.10) можно преобразовать в другие, более удобные для работы на РЭМ:

$$S \gg D; \quad L_{p,t} \gg D; \quad G_{p,t} \gg D, \quad (3.11)$$

которые позволяют анализировать изображения (сигналы) РЭМ даже без предварительной калибровки микроскопа (определения размера пиксела m и диаметра зонда d), так как в (3.11) входят только измеряемые параметры сигналов (см. рис. 3.4, б и в).

Знание увеличения микроскопа (размера пиксела) и диаметра зонда, определенных с помощью аттестованного значения шага t (выражения

(3.5) – (3.7)) или проекции наклонной стенки s (выражения (3.8) и (3.9)), позволяет определить все параметры шаговой структуры:

- размеры верхнего и нижнего оснований выступов

$$u_p = mL_p - d; \quad (3.12)$$

$$b_p = mG_p - d; \quad (3.13)$$

- канавок

$$u_t = mL_t + d; \quad (3.14)$$

$$b_t = mG_t + d; \quad (3.15)$$

- проекции боковой наклонной стенки

$$s = mS. \quad (3.16)$$

Так как в процессе одного измерения определяются все параметры РЭМ и структуры, то такое измерение не чувствительно к погрешностям фокусировки.

Методы измерения линейных размеров рельефных структур (включая ширины линий – размеры верхних и нижних оснований выступов и канавок) на обоих типах РЭМ одинаковы. Это обусловлено выбором в качестве экспериментального объекта, на котором осуществляются измерения размеров, тест-объекта МШПС-2,0К.

Таким образом, современные модели формирования сигналов растровых электронных микроскопов правильно учитывают влияние параметров РЭМ на форму сигналов во вторичных медленных электронах, а методы измерения линейных размеров (ширины линий) пригодны для проведения таких измерений на высоко- и низковольтных РЭМ.

3.3. Точность измерения линейных наноразмеров

В работе [15] проанализировано влияние параметров растровых электронных микроскопов на точность измерения линейных размеров и определены погрешности, с которыми должны быть известны эти параметры для использования указанных микроскопов в нанотехнологиях.

Технические и экономические показатели растровых электронных микроскопов (РЭМ) определяются характеристиками электронного зонда, наиболее важными из которых являются геометрические: размер (диаметр) сфокусированного пучка электронов, углы его сходимости и расходимости, а также глубина фокусировки микроскопа.

Точное измерение параметров зонда необходимо для определения линейных размеров микроструктур в нанометровом диапазоне.

Рельефные структуры, используемые в микро- и нанотехнологиях, имеют довольно сложную форму профиля (рис. 3.4, а). С учетом особенностей взаимодействия электронного зонда с рельефной поверхностью структуры можно разделить на четыре основные группы:

1) прямоугольные (на практике обычно не встречаются), которые созданы специально для применения в качестве эталонных мер для калибровки РЭМ. У них угол наклона боковых стенок $\varphi < \varphi_d / 2$, где φ_d – угол сходимости-расходимости электронного зонда РЭМ;

2) трапециевидные с малыми углами наклона боковых стенок, которые являются основным видом структур:

$$d > s = h \operatorname{tg} \varphi;$$

3) трапециевидные с большими углами $\varphi > 0$, характеризующиеся связью $d \ll s = h \operatorname{tg} \varphi$. Наиболее важным для этих структур является использование их для калибровки растровых электронных и атомно-силовых микроскопов;

4) трапециевидные с отрицательными углами наклона боковых стенок ($\varphi < 0$). Эти структуры встречаются довольно редко и для калибровки РЭМ не используются.

Измерение линейных размеров микро- и наноструктур. В результате фундаментальных исследований, выполненных в последние годы [15 – 17], установлены положения контрольных точек на видеосигналах, полученных в режиме сбора вторичных медленных электронов. На рис. 3.5, а, 3.6, а и 3.7, а приведены реальные формы сигналов, а на рис. 3.5, б, 3.6, б и 3.7, б – схемы сигналов и выбираемые на них контрольные точки. Эти точки соответствуют максимумам сигналов или являются точками пересечения прямых линий, аппроксимирующих отдельные участки сигнала (уровень основания сигнала и его склоны). На рис. 3.5, б, 3.6, б и 3.7, б также обозначены контрольные отрезки (расстояние между некоторыми контрольными точками). Размеры отрезков связаны с размерами рельефных структур линейно:

- для прямоугольных структур

$$l = L / M - 2\delta; \quad (3.17)$$

$$l = G / M + d; \quad (3.18)$$

- для структур с малыми углами наклона боковых стенок

$$t = T / M; \quad (3.19)$$

$$l_p = (u_p + b_p) / 2 = L_p / M; \quad (3.20)$$

$$l_t = (u_t + b_t) / 2 = L_t / M; \quad (3.21)$$

$$u_p = (2L_p - G_p) / M + d; \quad (3.22)$$

$$b_p = G_p / M - d; \quad (3.23)$$

$$u_t = (2L_t - G_t) / M - d; \quad (3.24)$$

$$b_t = G_t / M + d; \quad (3.25)$$

- для структур с большими углами наклона боковых стенок

$$t = T / M; \quad (3.26)$$

$$s = S / M; \quad (3.27)$$

$$d = D / M; \quad (3.28)$$

$$u_p = L_p / M + d; \quad (3.29)$$

$$b_p = G_p / M - d; \quad (3.30)$$

$$u_t = L_t / M - d; \quad (3.31)$$

$$b_t = G_t / M + d. \quad (3.32)$$

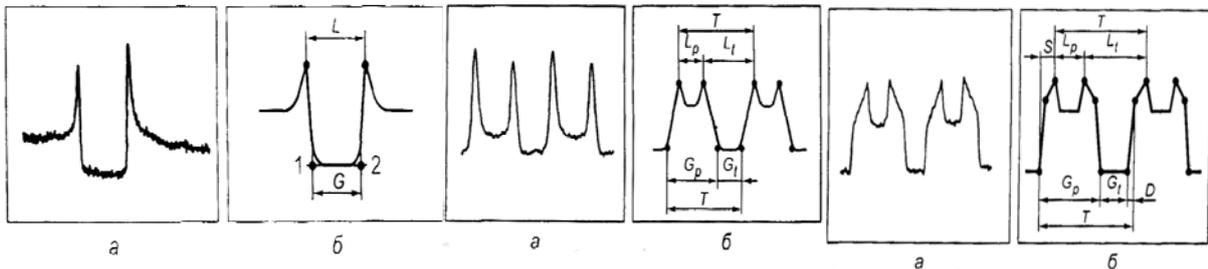


Рис. 3.5. Форма реального сигнала РЭМ (а), получаемого в режиме сбора вторичных медленных электронов при сканировании щелевидной канавки РПС, и схема сигнала с измеряемыми параметрами (б)

Рис. 3.6. То же, что и на рис. 3.5, но для шаговой структуры с малыми углами наклона боковых стенок

Рис. 3.7. То же, что и на рис. 3.5 и 3.6, но для шаговой структуры с большими углами наклона боковых стенок

Измерение линейных размеров прямоугольных структур. Для прямоугольных канавок параметр G видеосигнала (ВС) (см. рис. 3.7, б) связан с шириной канавки l соотношением (3.17), а расстояние L между максимумами ВС – выражением (3.18).

Влияние диаметра зонда на точность измерения ширины размеров прямоугольных структур можно определить по формуле:

$$(\Delta l / l)^2 = (1 - d / l)^2 [(\Delta G / G)^2 + (\Delta M / M)^2] + (\Delta d / l)^2. \quad (3.33)$$

Измерение линейных размеров трапециевидных структур с малыми углами наклона боковых стенок. Для этих структур линейные уравнения, связывающие параметры структуры и сигнала, имеют вид (3.19) – (3.31). Параметрами линейных уравнений (3.22) – (3.25) являются увеличение M микроскопа и диаметр d электронного зонда.

Эти выражения указывают на то, что диаметр зонда играет важную роль в измерениях линейных размеров рельефных структур. Оценим, какой вклад вносит погрешность измерения диаметра зонда в полную погрешность определения линейных размеров элементов микроструктур. Из (3.22) – (3.25) легко получить следующие выражения:

- для выступов

$$(\Delta b_p / b_p)^2 = (1 + d / b_p)^2 [(\Delta G_p / G_p)^2 + (\Delta M / M)^2] + (\Delta d / b_p)^2; \quad (3.34)$$

$$\left(\frac{\Delta u_p}{u_p}\right)^2 = \left(1 - \frac{d}{u_p}\right)^2 \left[\left(\frac{2\Delta L_p}{2L_p - G}\right)^2 + \left(\frac{\Delta G_p}{2L_p - G_p}\right)^2 + \left(\frac{\Delta M}{M}\right)^2 \right] + \left(\frac{\Delta d}{u_p}\right)^2; \quad (3.35)$$

- для канавок

$$(\Delta b_t / b_t)^2 = (1 - d / b_t)^2 [(\Delta G_t / G_t)^2 + (\Delta M / M)^2] + (\Delta d / b_t)^2; \quad (3.36)$$

$$\left(\frac{\Delta u_t}{u_t}\right)^2 = \left(1 + \frac{d}{u_t}\right)^2 \left[\left(\frac{2\Delta L_t}{2L_t - G_t}\right)^2 + \left(\frac{\Delta G_t}{2L_t - G_t}\right)^2 + \left(\frac{\Delta M}{M}\right)^2 \right] + \left(\frac{\Delta d}{u_t}\right)^2. \quad (3.37)$$

Измерение линейных размеров трапециевидных структур с большими углами наклона боковых стенок. Для таких структур размеры нижнего основания выступов и канавок определяются выражениями (3.25) – (3.28). Поэтому погрешности измерения нижнего основания находим по (3.30) и (3.32), а верхнего основания – по формулам

$$(\Delta u_p / u_p)^2 = (1 - d / u_p)^2 [(\Delta L_p / L_p)^2 + (\Delta M / M)^2] + (\Delta d / u_p)^2; \quad (3.38)$$

$$(\Delta u_t / u_t)^2 = (1 - d / u_t)^2 [(\Delta L_t / L_t)^2 + (\Delta M / M)^2] + (\Delta d / u_t)^2. \quad (3.39)$$

Анализ погрешностей измерений линейных размеров. Отметим, что выражение (3.29) для прямоугольной канавки является следствием (3.32) для трапециевидной, а выражения (3.34) и (3.35) для трапециевидных структур с большими углами наклона боковых стенок с точностью до замены переменных и знака в первой скобке соответствуют (3.30) и (3.32)

для трапецевидных структур с малыми углами наклона боковых стенок. Поэтому анализ соответствующих выражений одинаков.

На точность измерения расстояний $G_{p,t}$ и $L_{p,t}$ на видеосигналах оказывают сильное влияние шумовая составляющая сигнала и алгоритмы поиска соответствующих контрольных точек (см. рис. 3.5, б). Однако при разумных ограничениях (вклад шумов не превышает 10 % амплитуды сигнала) и автоматической обработке сигналов изображений структур в современных экспериментах $\Delta G_{p,t}/G_{p,t} \sim \Delta L_{p,t}/L_{p,t} \sim 10^{-3}$. Поэтому с учетом условия

$$b_{p,t}, u_{p,t} \gg d \quad (3.40)$$

выражения (3.34) – (3.37) можно упростить:

$$(b_{p,t}/b_{p,t})^2 = (\Delta M/M)^2 + (\Delta d/b_{p,t})^2; \quad (3.41)$$

$$(\Delta u_{p,t}/u_{p,t})^2 = (\Delta M/M)^2 + (\Delta d/u_{p,t})^2. \quad (3.42)$$

Современные способы калибровки РЭМ позволяют получать относительные погрешности увеличения $\Delta M/M$ в диапазоне 0,2 – 0,7 %, а значения Δd обычно не превышают 1-2 нм. Поэтому в диапазоне измеряемых размеров элементов микроструктур $b_{p,t}, u_{p,t} > 10$ мкм вкладом погрешности измерения диаметра зонда Δd можно пренебречь. Тогда погрешности измерения верхних и нижних оснований трапеции определяются только погрешностью увеличения $\Delta M/M$ при калибровке:

$$\Delta b_{p,t}/b_{p,t} \approx \Delta u_{p,t}/u_{p,t} \approx \Delta M/M. \quad (3.43)$$

В диапазоне $10 \text{ мкм} > b_{p,t}, u_{p,t} > 1 \text{ мкм}$ вкладом Δd можно пренебречь только при малых диаметрах зондов ($d < 100$) нм. В этом случае используют формулу (3.42). При больших диаметрах надо применять выражения (3.41) и (3.42).

В диапазоне $1 \text{ мкм} > b_{p,t}, u_{p,t} > 100 \text{ нм}$ пренебрегать значениями Δd или ΔM нельзя ни при каких диаметрах зондов и необходимо пользоваться выражениями (3.41) и (3.42). В этом случае вклад погрешности измерения диаметра зонда в полную погрешность определения линейных размеров элементов рельефных структур может достигать 80 %.

При размерах элементов микроструктур $b_{p,t}, u_{p,t} < 100 \text{ нм}$ вкладом погрешности увеличения при калибровке в (3.41) и (3.42) можно пренебречь. Тогда получим $\Delta b_{p,t} = \Delta u_{p,t} = \Delta d$.

Это означает, что погрешность измерения линейных размеров элементов рельефных структур в нанометровом (меньше 100 нм) диапазоне полностью определяется погрешностью измерения диаметра электронного зонда РЭМ. Кроме того, использование микроскопа для измерения размеров элементов микроструктур в диапазонах больше 1 мкм возможно при диаметрах зондов до 100 – 200 нм, в то время как в диапазоне меньше 100 нм требуются зонды диаметрами 30 нм и менее. Такие размеры зондов в настоящее время имеются только у новых микроскопов. После 3-5 лет интенсивной эксплуатации (например, в промышленности) размеры зондов вырастают до 50 нм и более. В этом случае РЭМ уже не обеспечивает возможность измерения линейных размеров в нанометровой области. Поэтому необходима разработка новых микроскопов с меньшими размерами зондов. Причем на этих микроскопах должна быть решена задача автоматической фокусировки, т.е. поддержания размера зонда с погрешностью менее 1 нм при изменении параметров РЭМ в широком диапазоне.

Отметим одну особенность измерения линейных размеров элементов микроструктур с использованием выражений (3.8) и (3.9). В этом случае диаметр зонда не оказывает влияния на измерение размеров средних линий трапециевидных выступов l_p и канавок l_t (при выполнении условий)

$$\begin{cases} d > s = htg\varphi; \\ b_{p,t}, u_{p,t} \gg d. \end{cases}$$

Погрешность же измерения средней линии элемента структуры определяется в основном погрешностью увеличения

$$\Delta l_{p,t} / l_{p,t} = \Delta M / M. \quad (3.44)$$

При малых размерах зондов $d \ll l_{p,t}$ выражение (3.44) справедливо. Однако выгоды это свойство не приносит, так как в технологиях микро- и наноэлектроники необходимо знать линейные размеры микро- и наноструктур на уровнях верха и особенно низа выступов и канавок, а такие размеры можно определить только зная диаметр зонда.

Таким образом, точное знание размера зонда гарантирует возможность измерений на РЭМ линейных размеров прямоугольных и трапециевидных структур в широком диапазоне значений, вплоть до десятков нанометров. Причем погрешность таких измерений в большей степени определяется погрешностью измерения размера электронного зонда этого микроскопа. Поэтому настоятельной потребностью современных микро- и нанотехнологий являются РЭМ с зондами диаметрами менее 20 нм.

3.4. Погрешности измерения длины волны и частоты лазера

Повышение точности эталонных и образцовых средств измерений и повышение точности передачи размеров единиц в низшие звенья поверочной схемы являются основными задачами метрологии.

Наиболее распространенными видами измерений с использованием частотно-стабилизированных лазеров являются измерения длин волн, линейных размеров, перемещений. Измерения длин волн лазеров рабочим эталоном единицы длины для спектроскопии осуществляют в диапазоне спектра 0,4 – 3,39 мкм и получают точность определения в несколько нанометров.

В работе [18] предложен метод измерения длин волн лазера с использованием в качестве образцового средства измерения нестабилизированного по частоте гелий-неонового лазера с йодной ячейкой поглощения. Этот метод является модификацией известного метода гетеродинамирования, в котором сигнал биений разностной частоты двух генераторов измеряется частотомером или измерительным приемником. В данном случае сигнал биений отображается фотографически, а затем обрабатывается.

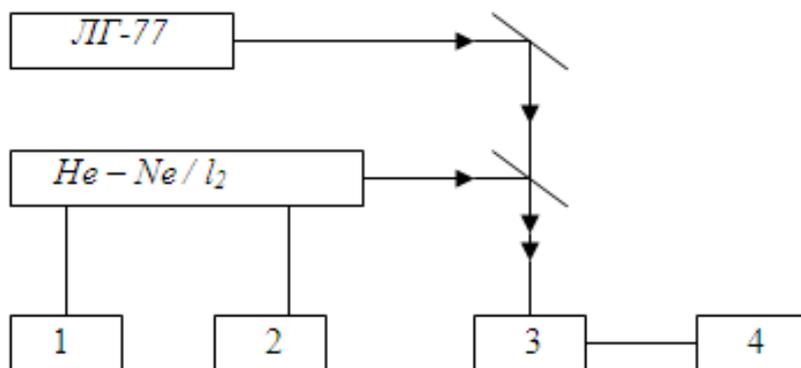


Рис. 3.8. Схема измерения длины волны лазера

Схема измерений представлена на рис. 3.8, где 1 – блок питания; 2 – блок сканирования; 3 – фотоприемное устройство; 4 – осциллограф.

Поверяемым лазером был лазер ЛГ-77, стабилизированный по частоте. Оба лазера работают на длине волны 0,63 мкм.

Наличие ряда резонансных пиков в зависимости выходной мощности от частоты в He – Ne / I₂-лазере, значения длин волн которых известны до девятого-десятого знаков, позволяет использовать их в качестве реперов при определении неизвестной длины волны.

Резонансные пики контрастностью 3 – 5 % возникают при нагреве йодных паров в ячейке поглощения лазера до температуры 120 – 150°C. При сканировании частоты излучения $He - Ne / I_2$ – лазера по контуру линии усиления на экране осциллографа наблюдается сигнал биений разностной частоты образцового и поверяемого лазеров и резонансные пики образцового лазера. Так как поверяемый лазер стабилизируется по частоте, то местоположение сигнала биений указывает на местоположение частоты (длины волны) поверяемого лазера.

За реперы взята группа пиков d, e, f, g , идентификация которых сделана ранее. На рис. 3.9, воспроизводящем осциллограмму, показано расположение резонансных пиков и сигнала биений разностной частоты двух лазеров. Согласно рис. 3.9, неизвестная длина волны, соответствующая положению сигнала биений, может быть выражена через известные (пики) как $\lambda_q = \lambda_0 (1 - \lambda_0 \Delta\nu / c)$, где λ_0 - длина волны соответствующего пика; $\Delta\nu$ - частотное расстояние между сигналом биений и пиком; c - скорость света.

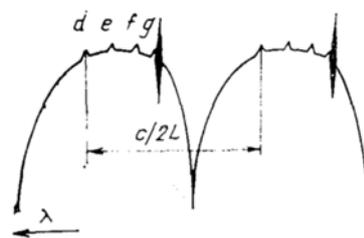


Рис. 3.9. Осциллограмма резонансных пиков и биений

Отснятые на фотопленку осциллограммы проецируются на экран и на их увеличенном изображении измеряют линейные расстояния от вершин пиков до биений. Исходя из значения $c/2L = 150 \text{ МГц}$, где $L = 1 \text{ м}$ - длина резонатора образцового лазера, линейные интервалы пересчитывают в значения частоты.

Один из методов, позволяющих измерять с высокой точностью длины волн лазеров инфракрасного диапазона, состоит в преобразовании их излучения в видимый диапазон спектра и в измерении длины волны преобразованного и вспомогательного излучения [19]. Преобразование осуществляется при взаимодействии сигнальной волны с частотой f_0 и накачивающей с частотой f_N . При этом возникает излучение на комбинационных частотах $f_s = f_N \pm f_c$. В последующем используют выражение для разностной частоты

$$f_s = f_N - f_c. \quad (3.45)$$

Пусть имеется стабильный лазер видимого диапазона с хорошо известной длиной волны λ_0 , который назовем опорным. Можно записать

$$f_N = f_0 + \Delta\nu, \quad (3.46)$$

где f_0 – частота опорного лазера; $\Delta\nu$ – текущая разность частот между накачивающим и опорным лазерами.

Тогда

$$f_s = f_0 + \Delta\nu - f_c. \quad (3.47)$$

Переходя в (3.47) к длинам волн, получим

$$\frac{c}{\lambda_s} = \frac{c}{\lambda_0} + \Delta\nu - \frac{c}{\lambda_c}$$

или

$$\frac{1}{\lambda_c} = \frac{1}{\lambda_0} + \frac{\Delta\nu}{c} - \frac{1}{\lambda_s}. \quad (3.48)$$

При измерении длин волн с помощью перестраиваемого многолучевого интерферометра его настраивают по излучению опорного лазера таким образом, чтобы выполнялось условие

$$m_0 \frac{\lambda_0}{2} = L. \quad (3.49)$$

Одновременно перестраивают лазер накачки, а соответственно и его частоту так, чтобы выполнялось условие

$$m_s \frac{\lambda_s}{2} = L. \quad (3.50)$$

В (3.49) и (3.50) m_0 и m_s – некоторые целые числа.

Измерим получившуюся при этом величину $\Delta\nu$.

Если известно λ_0 и $\Delta\nu$, то, используя (3.48)-(3.50), определим

$$\lambda_c = \frac{\lambda_0}{1 - \frac{m_s}{m_0} + \frac{\lambda_0 \Delta\nu}{c}}. \quad (3.51)$$

Бывают случаи, когда невозможно изменить частоту i_x или сравнить f_N с f_0 . Например, если необходимо получить очень большие уровни накачки, то приходится мириться с многомодовым характером излучения. В такой ситуации необходимо при выбранной методике измерений менять частоту f_c .

Пусть $f_c = f_{cl} - \Delta f$,

где f_{cl} – частота стабильного лазера инфракрасного (ИК) диапазона.

Тогда аналогично (3.47)

$$f_s = f_N - f_{cl} + \Delta f. \quad (3.52)$$

Проводя вычисления и подстановки аналогично (3.47) – (3.50), получим

$$\lambda_{c1} = \frac{\lambda_N}{1 - \frac{m_s}{m_N} + \frac{\Delta f \lambda_N}{c}}. \quad (3.53)$$

Таким образом, в этом случае необходимо измерять длину волн накачивающего излучения.

Наконец, рассмотрим вариант, когда нет опорного лазера, нет возможности перестраивать лазеры ИК диапазона, но есть возможность перестраивать частоту накачивающего излучения f_N .

Интерферометр настраивается таким образом, чтобы для частоты f_s был максимум его пропускания, а f_N перестраивается так, чтобы она совпала с другой полосой пропускания интерферометра. Для установившегося режима можно записать

$$L = m_s \frac{\lambda_s}{2}; \quad (3.54)$$

$$L = m_N \frac{\lambda_N}{2}; \quad (3.55)$$

$$f_s = f_N - f_{c_0}$$

или

$$\frac{1}{\lambda_c} = \frac{1}{\lambda_N} - \frac{1}{\lambda_{c_0}}. \quad (3.56)$$

Используя (3.54) – (3.56), получим

$$\lambda_{c_0} = \frac{\lambda_N}{1 - \frac{m_s}{m_N}}. \quad (3.57)$$

Рассмотрим теперь погрешность данного метода измерения длин волн. Принимая во внимание (3.51), относительная погрешность измерения $\frac{\Delta \lambda_c}{\lambda_c}$ будет определяться значением $\Delta \lambda_c$, вычисляемым следующим образом:

$$\Delta \lambda_c = \sqrt{\left(\frac{\partial \lambda_c}{\partial \lambda_0}\right)^2 \Delta \lambda_0^2 + \left(\frac{\partial \lambda_c}{\partial \Delta \nu}\right)^2 \Delta(\Delta \nu)^2 + \left(\frac{\partial \lambda_c}{\partial m_c}\right)^2 \Delta m_s^2 + \left(\frac{\partial \lambda_c}{\partial m_0}\right)^2 \Delta m_0^2 + \left(\frac{\partial \lambda_c}{\partial c}\right)^2 \Delta c^2}. \quad (3.58)$$

Для анализа возможной точности измерения λ_c оценим каждое слагаемое в (3.58)

$$\frac{\partial \lambda_c}{\partial \lambda_0} \Delta \lambda_0 = \frac{\Delta \lambda_0}{\left(1 - \frac{m_s}{m_0} + \frac{\lambda_0 \Delta v}{c}\right)} + \frac{\lambda_0 \Delta v \Delta \lambda_0}{c \left(1 - \frac{m_s}{m_0} + \frac{\lambda_0 \Delta v}{c}\right)^2}; \quad (3.59)$$

$$\frac{\partial \lambda_c}{\partial \Delta v} \Delta(\Delta v) = \frac{\lambda_0^2 \Delta(\Delta v)}{c \left(1 - \frac{m_s}{m_0} + \frac{\lambda_0 \Delta v}{c}\right)^2}; \quad (3.60)$$

$$\frac{\partial \lambda_c}{\partial c} \Delta c = \frac{\lambda_0 \Delta v \Delta c}{c^2 \left(1 - \frac{m_s}{m_0} + \frac{\lambda_0 \Delta v}{c}\right)^2}; \quad (3.61)$$

$$\frac{\partial \lambda_c}{\partial m_s} \Delta m_s = \frac{\lambda_0 \Delta m_s}{m_0 \left(1 - \frac{m_s}{m_0} + \frac{\lambda_0 \Delta v}{c}\right)^2}; \quad (3.62)$$

$$\frac{\partial \lambda_c}{\partial m_0} \Delta m_0 = \frac{\lambda_0 m_s \Delta m_0}{m_0^2 \left(1 - \frac{m_s}{m_0} + \frac{\lambda_0 \Delta v}{c}\right)^2}. \quad (3.63)$$

Считая, что накачка производится *He-Ne* лазером с $\lambda = 0,63$ мкм и измерения ведутся на интерферометре с базой ~ 30 см, анализ входящих погрешностей произведем при подстановке следующих значений, входящих в (3.58) величин: $\lambda_0 \approx 0,63 \cdot 10^{-4}$ см; $\Delta \lambda_0 = 10^{-8} \lambda_0$; $m_s \approx m_0 \approx 10^6$; $\Delta v \approx 10^7$ Гц; $c \approx 3 \cdot 10^{10}$ см/с.

Подстановка этих значений в (3.59) – (3.63) показывает, что (3.60) и (3.61) пренебрежимо малы; (3.56) накладывает принципиальное ограничение и для длины волны лазера в области 10,6 мкм составляет по абсолютному значению $\frac{\partial \lambda_c}{\partial \lambda_0} \Delta \lambda_0 = \frac{\Delta \lambda_0}{0,08}$, т.е. определяется погрешностью измерения длины волны опорного генератора. Погрешность может быть меньше, если измеряется длина более коротких волн.

Ограничения, накладываемые (3.62) и (3.63), носят скорее технический характер. Если считать, что $m_s \approx m_0$, то они составляют по абсолютному значению

$$\frac{\partial \lambda_c}{\partial m_i} \Delta m_i \approx 10^{-11} \text{ мкм},$$

где $\Delta m_i \geq \Delta m_s \approx \Delta m_0$.

Таким образом, погрешность измерения длины волны излучения ИК диапазона будет принципиально ограничена погрешностью измерения

длины волны лазера видимого диапазона. Этот факт позволяет надеяться на измерение длин волн ИК диапазона с высокой точностью.

3.5. Нестабильность мощности излучения лазеров

Для успешного решения различных задач научного и практического характера требуются высокостабильные монохроматические источники излучения с большой длиной когерентности. Такими источниками являются стабилизированные по частоте лазеры.

Нестабильность мощности излучения определяется как отношение амплитуды отклонений мощности к среднему значению.

Применение лазеров в измерительной технике сдерживается недостаточной стабильностью параметров излучения серийных приборов. Среди выпускаемых промышленных лазеров большинство составляют гелиево-неоновые (*He-Ne*). Поэтому им уделяется основное внимание. Исследованию нестабильности частоты излучения *He-Ne* лазеров посвящено много работ, что в значительной мере связано с переходом на новое определение метра. Появление опытной партии отечественных *He-Ne/I₂* лазеров типа «Стандарт», обеспечивающих максимальную в настоящее время воспроизводимость частоты в видимом диапазоне, позволило решать вопросы эталонной базы и метрологического обеспечения наноиндустрии. Появление стабилизированных по частоте *He-Ne* лазеров с внутренними зеркалами ЛГН-303 и ЛГН-302 позволяет рассчитывать на их широкое внедрение и прецизионные измерения.

Исследование нестабильности мощности излучения *He-Ne* лазеров актуально также в связи с реализацией программы метрологического обеспечения лазерной энергетической фотометрии, фотошаблонов для микроэлектроники и получения информационно-измерительной техники.

Различные модели *He-Ne* лазеров имеют нестабильность мощности в пределах от 1 до 5 % без систем стабилизации мощности и от 0,1 до 3 % с использованием стабилизации.

Относительная нестабильность частоты и длина волны излучения поверяемого лазера могут быть определены путем сравнения его частоты с частотой образцового. Сравнение частот производится методом оптического гетеродина, т.е. путем смешения излучения поверяемого и образцового лазеров с лазером-гетеродином [21]. Лазер-гетеродин позво-

ляет перенести спектр биений в область более высоких частот. Это необходимо для измерения нестабильности лазеров, имеющих близкую среднюю частоту. Кроме того, этот метод дает возможность определить знак ухода средней частоты испытуемого лазера относительно образцового. Применять лазер-гетеродин необходимо также при измерении параметров лазеров с высокой стабильностью и воспроизводимостью частоты, например стабилизированных гелий-неоновых лазеров с излучением на длине волны 3,39 мкм. Гетеродины позволяют устранить взаимное влияние лазеров, которое может привести к эффектам захвата частоты генерации.

Точность измерений можно оценить по методике [21]. Пусть длина волны поверяемого лазера равна

$$\lambda_n = \lambda_0 + \Delta\lambda,$$

где λ_0 – длина волны образцового лазера; $\Delta\lambda$ – разность длин волн образцового и поверяемого лазеров.

$$\Delta\lambda = \lambda_0 - \lambda_n = \frac{c}{\nu_0} - \frac{c}{\nu_n} = \frac{\lambda_0^2}{c} \Delta\nu.$$

где ν_0 и ν_n – частоты генерации образцового и поверяемого лазеров; c – скорость света; $\Delta\nu$ – разность частот образцового и поверяемого лазеров.

Если λ_n определяется методом статистической обработки ряда измерений, то

$$\Delta\lambda = \frac{\lambda_0^2}{c} \cdot \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (\Omega_{1i} - \Omega_{2i}),$$

где N – число наблюдений значений разностной частоты; Ω_{1i}, Ω_{2i} – показания частотомеров.

Обозначая

$$\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (\Omega_{1i} - \Omega_{2i}) = \overline{\Delta\Omega},$$

можно записать

$$\lambda_n = \lambda_0 + \frac{\lambda_0^2}{c} \overline{\Delta\Omega}.$$

Среднее квадратическое отклонение измерения длины волны поверяемого лазера определится как

$$\sigma(\lambda_n) = \sqrt{(\delta\lambda_0)^2 + \left(2 \frac{\overline{\Delta\Omega}}{\nu} \delta\lambda_0\right)^2 + \left(\frac{\overline{\Delta\Omega}}{\nu^2} \delta c\right)^2 + \left(\frac{\lambda_0}{\nu} \delta \Omega\right)^2};$$

где $\overline{\Delta\Omega}$ – среднее арифметическое значение разности частот образцового и поверяемого лазеров при N наблюдениях; ν – частота генерации лазеров; $\delta\lambda_0, \delta c, \delta\Omega$ – погрешности определения длины волны образцового лазера, скорости света и погрешность частотомера соответственно.

Длина волны поверяемого лазера будет

$$\lambda_n = \lambda_0 + \Delta\lambda \pm \delta(\lambda_n),$$

причем $\Delta\lambda$ характеризует воспроизводимость длины волны поверяемого лазера, а $\delta(\lambda_n)$ – погрешность определения длины волны поверяемого лазера.

Таким образом, стабилизированные по частоте гелий-неоновые лазеры могут быть использованы в качестве первичного эталона длины волны.

3.6. Разрешающая способность растрового электронного микроскопа

Разрешающая способность растрового электронного микроскопа (РЭМ) является его важнейшей технической характеристикой, от которой зависит класс прибора, его возможности и область использования. Наилучшее разрешение РЭМ достигается в режиме сбора медленных вторичных электронов и именно в этом режиме принято оценивать разрешение прибора.

Обычно эта характеристика определяется по размеру минимального элемента изображения, надежно фиксируемого на снимке или экране видеоконтрольного устройства. В ряде случаев разрешением считается диаметр пучка первичных электронов, которым сканируется образец. И в том, и в другом случае оценки разрешения микроскопа неоднозначны, так как в первом из них нечетко определены условия надежного воспроизведения минимального элемента изображения, а во втором – неясно, что считать диаметром электронного зонда, поскольку такой зонд не имеет четко очерченных границ. В качестве диаметра сканирующего зонда можно было бы использовать его ширину, определенную по заранее установленному уровню плотности потока электронов (например по уровню, равному половине максимального). Однако это требует разработки специальных и достаточно сложных методов и аппаратуры для измерений распределения плотности тока в зондирующем пучке. Наконец, нет оснований ожидать, что разрешение РЭМ, оцененное по минимальному элементу объекта на видеокон-

трольном устройстве и по диаметру зонда (определенному тем или иным способом), окажется одинаковым.

Представляется важным сформулировать физически обоснованный критерий разрешения РЭМ и установить его связь с диаметром электронного зонда.

Поскольку РЭМ является, по сути, оптическим прибором, резонно характеризовать его разрешение параметром, близким по смыслу тому, который используется в оптической микроскопии. В соответствии с критерием Релея, широко применяемым в физике, две точки предмета считаются разрешенными оптической системой, если расстояние между ними превышает величину δ :

$$\delta = 0,61 \lambda_c / A,$$

где λ_c – длина волны света; A – числовая апертура объектива.

Заметим, что каждая из двух точек воспроизводится оптической системой в виде диска Эйри. Изображения точек частично накладываются. В некогерентном свете при расстоянии между ними, равном δ , освещенность в точке $\delta/2$ меньше максимальной освещенности, соответствующей центру диска Эйри, на 26,5 %. Для деталей предмета, не являющихся точками (линий, краев двумерных образований и т.п.), а также для точек, освещенных когерентным светом, принят тот же критерий – глубина провала освещенности $\Delta I/I = 26,5\%$. При этом предел разрешения одной и той же оптической системы, оцененный по деталям предмета различной формы и для различной когерентности излучения, оказывается другим.

В работе [20] установлена связь между разрешением, гауссовским радиусом σ зонда и длиной λ поглощения вторичных электронов

$$\left. \begin{aligned} \delta / \sigma &= 1,85 \\ \delta &= 1,8 \sigma + \lambda \end{aligned} \right\} \quad (3.64)$$

Обычно $\sigma = 0-20$ нм, а $\lambda = 0,5-10$ нм.

Разрешение РЭМ есть расстояние между деталями объекта, изображение которых обнаруживает глубину провала яркости величиной 15% (физиология глаза).

По экспериментально измеренному разрешению прибора из (3.64) можно оценить гауссовский радиус зонда.

Предельное разрешение растрового электронного микроскопа во вторичных электронах для рельефных объектов ограничено величиной порядка λ . Для одиночного выступа с вертикальными боковыми гранями предельное разрешение не превосходит $0,6 \lambda$.

3.7. Оценка расходимости лазерного излучения

Расходимость является одним из основных параметров лазерного излучения. Наиболее распространенным методом ее измерения является метод фокального пятна и различные его модификации. Например, методом фокального пятна с применением зеркального клина (ЗК) [24].

Расходимость лазерного излучения определяется его диаграммой направленности, под которой понимается изменение энергии (мощности) излучения W как функции угловых координат α, β . При измерении расходимости излучения в дальней зоне линейные координаты X, Y однозначно связаны с угловыми координатами α, β , т.е. $W_{\alpha, \beta} \sim W_{X, Y}$. Так как форма сечения пучка в фокальной плоскости в общем случае обладает аксиальной симметрией, то часто пучок излучения характеризуют максимальным и минимальным значениями расходимости в двух взаимно перпендикулярных направлениях.

Для некоторого заданного уровня энергии максимальная и минимальная расходимости лазерного излучения могут быть определены по формулам

$$\theta_{\max} = d_{\max} / f; \quad \theta_{\min} = d_{\min} / f'. \quad (3.65)$$

где d_{\max}, d_{\min} – максимальный и минимальный диаметры пучка излучения на заданном уровне энергии; f' – фокусное расстояние объектива.

Схема измерения расходимости методом фокального пятна с применением ЗК 2 (рис. 3.10), установленного между объективом и его задней фокальной плоскостью, предполагает использование безабберационного объектива 1 и фоторегистратора 3, расположенного в фокусе объектива. Фоторегистратор может быть установлен как в проходящем, так и в отраженном от ЗК пучках излучения. С точки зрения минимальных погрешностей измерения энергетической расходимости, наиболее оптимальна схема измерения, в которой регистратор установлен в отраженном пучке.



Рис. 3.10. Схема измерения расходимости лазерного излучения

ЗК конструктивно представляет собой две плоскопараллельные пластины с зеркальными покрытиями, коэффициенты отражения которых равны ρ_1 и ρ_2 . Пластины устанавливаются под углом α друг к другу зеркальными поверхностями внутрь.

Измерение расходимости рассматриваемым методом предполагает анализ изоэнергетических зон, полученных в результате многократного ослабления прошедшего через ЗК излучения. Изоэнергетические зоны на заданном уровне энергии отображаются регистратором, установленным в фокальной плоскости объектива. В качестве регистратора может быть использован любой материал (среда), чувствительный к исследуемому излучению и способный с высокой точностью отображать размеры падающего на него пучка излучения (например, термобумаги, фотопленки и т.д.). Плотность энергии в изоэнергетических зонах определяется параметрами исходного излучения, а соотношение уровней энергии каждой зоны – коэффициентом ослабления ЗК.

Коэффициент ослабления излучения ЗК в прямом и отраженном пучках определяется по формуле

$$K = \frac{W_1^{(np)}}{W_2^{(np)}} = \frac{W_{(n-1)}^{(np)}}{W_n^{(np)}} = \dots = \frac{W_2^{(omp)}}{W_3^{(omp)}} = \frac{W_{(n-1)}^{(omp)}}{W_n^{(omp)}} = \frac{1}{\rho_1 \rho_2},$$

где $W_n^{(np)}$ – плотность энергии в n -м пучке, прошедшем зеркальный клин; $W_n^{(omp)}$ – плотность энергии в n -м пучке, отраженном от зеркального клина.

Угол α должен быть минимальным. Его значение выбирается обычно равным $20'$ - $40'$. Падение излучения на грань ЗК должно быть близким к нормальному. В ЗК излучение испытывает многократное отражение. Осевые лучи пучков, прошедшие ЗК, делают в нем оптические пути разной длины и развернуты относительно соседних на угол 2α . Для регистрации распределения плотности энергии излучения в фокусе объектива в каждом из прошедших ЗК пучков плоскость регистратора должна быть развернута на некоторый угол γ относительно грани выходного зеркала. Угол поворота γ может быть легко определен или расчетным путем из несложных геометрических построений, или экспериментально. Угол падения на регистратор осевых лучей каждого из пучков излучения с выхода ЗК можно определить по формуле

$$\gamma_m = (90^\circ + \gamma) - (2m - 1)\alpha,$$

где γ_m – угол между плоскостью регистратора и осевым лучом m -го пучка; m – номер пучка (пятна), считая от пучка с максимальной энергией.

Для схемы, в которой регистратор установлен в отраженном от ЗК пучке лучей, имеем

$$\gamma_m = (90 + \gamma) - [\nu - (2m - 2)\alpha],$$

где ν – угол между осевым лучом падающего на ЗК пучка излучения и его первой поверхностью.

После экспонирования регистратора в исследуемом излучении за ЗК и соответствующей его обработки, на нем отображается n пятен с диаметрами $d_1, d_2, \dots, d_m, d_n$. Количество отображаемых на регистраторе пятен определяется параметрами ЗК и интенсивностью падающего на него излучения. Граничная линия каждого пятна излучения соответствует пороговой чувствительности регистратора $W_{\text{пор}}$. Таким образом, контур m -го пятна определяет изолинию в распределении энергии

$$W_m = W_{\text{пор}} K^{m-1}.$$

С учетом изложенного определение максимального и минимального значений ширины диаграммы направленности по заданному уровню энергии может быть сведено к построению соответствующих кривых относительно распределения плотности энергии. Для этого в сечении пучка делается допущение, что распределение описывается плавной четкой функцией типа Гаусса, которую можно с достаточной для практики точностью построить по некоторому числу точек (например 8-10). Количество точек кривой определяется количеством полученных на регистраторе пятен. При построении обычно по оси абсцисс откладывают соответственно $d_{\text{max}}/2$ и $d_{\text{min}}/2$, а по оси ординат – коэффициент ослабления излучения. Значения d'_{max} и d'_{min} определяют путем измерения максимального и минимального размеров каждого пятна.

С учетом того, что каждый из пучков образует с плоскостью регистратора в общем случае угол γ_m , отличный от нормального, проекции диаметров пятна на плоскость, нормальную к m -му пучку, будут равны

$$d_m = d'_m \cos(90 - \gamma_m) = d'_m \cos[\gamma - (2m - 1)\alpha].$$

3.8. Особенности наноизмерений в АСМ-режиме

Если сравнивать разрешение СЗМ в СТМ- и АСМ-режимах, то из-за гораздо большего радиуса АСМ-иглы разрешение, которое можно ожидать

от этого режима, как минимум на порядок ниже разрешения, получаемого в режиме СТМ.

Кроме того, для АСМ характерны неортогональность и нелинейность осей сканирования, неизвестность формы и размеров острий кантилеров, нелинейность сканирования. Поэтому до сих пор АСМ не является полностью самостоятельным прибором, на котором можно проводить измерения линейных размеров рельефных структур в нанодиапазоне, так как для его калибровки приходится использовать результаты, полученные на растровых электронных микроскопах (РЭМ). В то же время РЭМ – такой прибор, для калибровки которого достаточно результатов, получаемых на нем самом.

Ниже приведено описание метода прямого измерения на АСМ ширины рельефных элементов и измерения линейности сканирования в АСМ

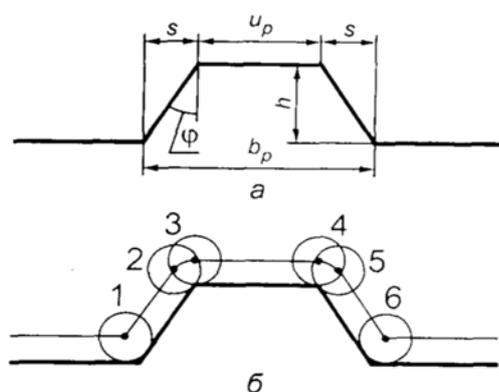


Рис. 3.11. Схемы выступа с трапециевидным профилем и обозначением его параметров (а) и формирования контрольных точек сигнала АСМ при сканировании трапециевидных выступов с большими углами наклона боковых стенок (б)

в нанометровом диапазоне [22, 23]. Для этого рассмотрено формирование сигнала АСМ при сканировании выступа с трапециевидным профилем и большими углами наклона боковых стенок относительно нормали к плоскости основания. На рис. 3.11, а приведена схема такого выступа и обозначены его параметры, а на рис. 3.11, б поясняет формирование сигнала АСМ при сканировании выступа сферой острия кантилевера (радиус сферы r). Положения сфер 1 – 6 обозначают контрольные точки на сигнале, которые определяют моменты одновременного касания сферой острия кантилевера плоскости основания выступа и его боковых стенок, а точки 2 и 3 (4 и 5) характеризуют границы огибания сферой верхнего левого (правого) угла выступа. Таким образом, линии, формирующие сигнал между точками 1 и 2, 3 и 4, 5 и 6, являются прямыми, а линии между точками 2 и 3, 4 и 5 – частью окружностей радиуса r (для нормированного сигнала, у которого цена деления по осям X и Y совпадает). Поэтому при условии малости радиуса острия кантилевера, по сравнению с параметрами выступа

$$b_p \gg 2r, \quad u_p \gg 2r, \quad s \gg 2r,$$

форма сигнала близка к трапеции.

Трапецевидное приближение сигнала. Рассмотрим трапецевидное приближение сформированного сигнала АСМ. На рис. 3.12, а приведена схема такого приближения и обозначены характеризующие его параметры. Основание сигнала формируется прямыми линиями 1 (слева) и 5 (справа). Боковые стенки сигнала описываются прямыми 2 и 4, а вершина сигнала – прямой линией 3. Точки пересечения прямых линий 1 и 2 (4 и 5) расположены на сигнале, а прямые линии 2 и 3 (3 и 4) образуют точки пересечения, которые не лежат на сигнале. Расстояния между проекциями этих точек пересечения (контрольных точек) на основании сигнала характеризуют его трапецевидное приближение и, следовательно, сам сигнал.

Выражения, связывающие параметры трапецевидного приближения сигнала и выступа, следующие:

$$\begin{aligned} u_p &= m_x U_p - rQ(\varphi); \\ b_p &= m_x B_p - rQ(\varphi); \\ s &= m_x S_L = m_x S_R; \\ h &= m_z H, \end{aligned}$$

где m_x, m_z – цена деления по осям X и Y ;
 $Q(\varphi) = 2((1 - \sin \varphi) / \cos \varphi)$.

Форма производной сигнала. Положения точек 1 и 6 на сигнале (см. рис. 3.11, б) легко выделить, так как они являются точками его излома. В то же время определить положения точек 2 – 5 очень сложно из-за плавного изменения сигнала в области этих точек. Однако на линии, соответствующей первой производной сигнала, это сделать довольно легко.

На рис. 3.12, б приведены пример модельного сигнала $V(X)$ и его первой производной dV/dX , а также положения контрольных точек, соответствующих особым положениям острия кантилевера. Штриховые линии на рис. 3.12, б показывают связь контрольных точек сигнала (см. рис. 3.11, б) с особенностями его первой про-

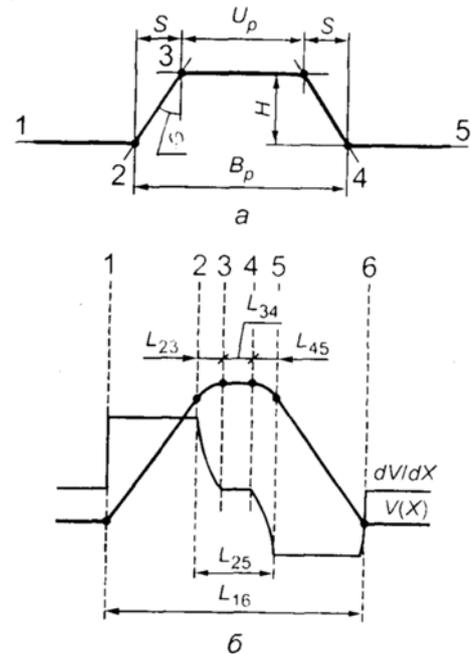


Рис. 3.12. Схемы трапецевидного приближения сигнала и обозначений параметров такого приближения (а) и сигнала АСМ, его первой производной и связи особенностей сигнала и его первой производной (б)

изводной. На производной сигнала положения контрольных точек 2 – 5 определились значительно легче, чем на самом сигнале, так как они являются точками излома его первой производной. Кроме того, необходимо отметить, что из-за линейности сигнала в областях между точками 1 и 2 (5 и 6) в этих областях первая производная является константой (см. рис. 3.12, б).

Используя положения контрольных точек 1 – 6, записываем следующие выражения

$$L_{34} = u_p / m_x ;$$

$$L_{25} = (u_p + 2r \cos \varphi) / m_x ; \quad (3.66)$$

$$L_{16} = B_p = (b_p + r Q(\varphi)) / m_x ;$$

$$L_{23} = L_{45} = r \cos \varphi / m_x ; \quad (3.67)$$

где L_{ij} - расстояние между проекциями точек i и j на сигнал и его первой производной (см. рис. 3.12, б) в направлении сканирования.

Из выражения (3.66) следует, что можно прямым методом определить на АСМ ширину верхнего основания трапецевидного выступа, а из (3.67) – радиус острия кантилевера.

Таким образом, с помощью первой производной сигнала АСМ, полученного при сканировании трапецевидного выступа с большими углами наклона боковых стенок, можно прямым способом измерить размер верхнего основания выступа и радиус острия кантилевера.

Данный метод прямого измерения размера верхнего основания выступов трапецевидной формы опробован авторами на микроскопе Smeпа В фирмы НТ-МДТ (Россия). В качестве исследуемых образцов использовались шаговые структуры тест-объекта МШПС-2,0 К. На рис. 3.13 приведены изображения в АСМ форм рельефных элементов тест-объектов с разными шириной и высотой выступов.

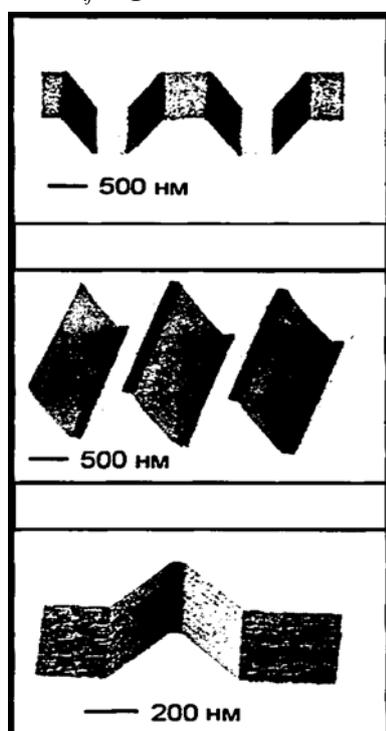


Рис. 3.13. Изображения отдельных элементов тест-объектов МШПС-2,0К с разными шириной и высотой выступов, полученные на АСМ

шириной и высотой выступов.

Тест-объект МШПС-2,0К, созданный по технологии анизотропного травления, имеет боковые стенки, обладающие высокой (вплоть до атомарной) линейностью. Такая мера наиболее удобна для измерения линейности сканирования в случае больших перемещений, так как основную ее часть составляют наклонные стенки рельефных элементов. Поэтому для выступов тест-объектов МШПС-2,0К известен угол наклона боковых стенок $\varphi = \text{arctg } \sqrt{2} = 35,26^\circ$. При этом $Q(\varphi) = \sqrt{6} - \sqrt{2} = 1,0353$.

На рис. 3.13 показаны формы сигнала $V(X)$, его первой производной dV/dX и выделены анализируемые области линейности сигнала (1 – 6). Размеры этих областей приведены в табл. 3.2. Из рис. 3.14 следует, что как форма сигнала, так и форма его производной хорошо совпадают с модельными формами (см. рис. 3.12), хотя на производной сигнала наблюдаются отдельные выбросы.

Характерно, что одинаковые стенки сигналов (области 1, 3, 5 и 2, 4, 6) имеют одинаковый наклон. Это свидетельствует о том, что сканирование исследуемого АСМ линейно. Отклонение от линейности определяется в соответствии с выражением $dV/dX = A + BX$, где A, B – линейный и нелинейный параметры сканирования соответственно.

Эксперименты с использованием указанных выше АСМ модели Smena B и меры МШПС-2,0К приведены в табл. 3.3.

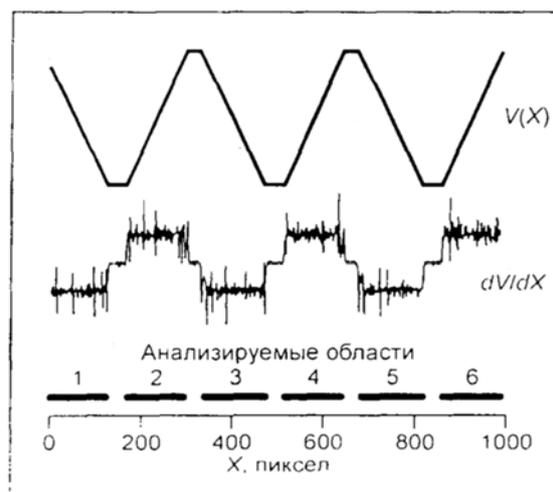


Рис. 3.14. Формы сигнала $V(X)$, его первой производной dV/dX и анализируемые области (1-6) на линейность сканирования

Таблица 3.2

Размеры анализируемых областей планирования

Область сканирования	Диапазон, пиксел
1	1 – 125
2	170 – 295
3	339 – 470
4	515 – 639
5	684 – 815
6	861 – 984

Таблица 3.3

Линейные и нелинейные параметры уравнения измерений
в анализируемых областях сканирования

Область сканирования	A , пр. ед.	B , %, не более
1	$-10,96 \pm 0,13$	0,4
2	$-10,91 \pm 0,15$	0,4
3	$-10,94 \pm 0,12$	0,4
4	$11,68 \pm 0,18$	0,6
5	$11,62 \pm 0,19$	0,6
6	$11,60 \pm 0,22$	0,6

Из табл. 3.3 следует, что нелинейность сканирования не превышает 0,6% в пределах всего диапазона сканирования (размер строки изображения составляет 1000 пикселей).

Отметим, что разные в пределах погрешностей наклоны правых и левых стенок сигнала (см. табл. 3.3) связаны либо с наклонным положением меры на столике микроскопа, либо с неортогональностью Z -сканера (при этом неортогональность должна быть линейной). Однако все это не сказывается на результатах измерений линейности сканирования.

3.9. Введение концепции неопределенности

В последние годы в отечественные нормативные документы начинает широко применяться в мировой практике термин «неопределенность измерений», что способствует гармонизации отечественных и международных требований к качеству результатов измерений как необходимому этапу на пути интеграции российской экономики в мировой рынок.

В 2002 году был опубликован русский перевод Руководства ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях», предназначенного для широкого круга химиков-аналитиков и метрологов. ЕВРАХИМ – Европейское общество по аналитической химии; СИТАК – Сотрудничество в области прослеживаемости измерений в аналитической химии. Документ ЕВРАХИМ по существу –

«химическая адаптация» Руководства по выражению неопределенности измерений, подготовленного ИСО еще в 1993 году. С июля 2003 года Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (МГС СМС) введены в действие Рекомендации по межгосударственной стандартизации «Применение Руководства по выражению неопределенности измерений». В 2006 году состоялось заседание рабочей группы Научно-технической комиссии по метрологии (НТКМетр) МГС СМС, посвященное координации работ по внедрению оценки неопределенности измерений в метрологическую практику государств – участников МГС СМС (Протокол № 3-2006).

Так с июля 2007 года стандарт ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» устанавливает единообразные требования к этим лабораториям, действующим в разных странах. Одно из требований связано с применением концепции неопределенности измерений.

Понятие «неопределенность измерений» введено в практику описания точности средств измерений взамен термина «погрешность измерений». Основное различие этих терминов состоит в том, что оценка точности дается не по отклонению от «истинного значения» величины (погрешность), а по разбросу значений, которые могут быть с определенной вероятностью приписаны результату измерений (неопределенность). Важной особенностью концепции неопределенности измерений является то, что составляющие неопределенности классифицируются не по природе возникновения (как систематическая и случайная погрешность), а по методу их определения. Составляющие, определенные путем статистической обработки многократных измерений, относятся к типу А, составляющие, определенные другими методами, – к типу В. Все составляющие перечня неопределенностей называют стандартными неопределенностями, подчеркивая тем самым, что они выражены в терминах среднего квадратичного отклонения соответствующих распределений и что при расчете суммарной неопределенности различие в методах их определения стирается и все составляющие имеют при сложении равный статус. Концепция неопределенности измерений получила широкое распространение во всем мире.

Существует некоторое противоречие между принципами, положенными в основу концепции неопределенности измерений, и системой отечественных стандартов, касающихся погрешностей результатов измерений.

Основные положения, устанавливающие соответствие между двумя формами представления результатов измерений, и их сравнительный анализ приведены в работе [7].

Факторами, которые влияют на проведение измерений и могут вызвать необходимость подсчета неопределенности измерения, являются: образцы для испытаний, измерительное/испытательное оборудование, испытатель(и), методы измерений/испытаний. Влияние разных факторов на неопределенность измерения может быть выявлено с использованием так называемой причинно-следственной диаграммы Ишикавы «рыбий скелет» между следствием и его причинами (рис. 3.15).

Традиционно диаграмму Ишикавы принято рисовать с «головы рыбы», находящейся справа и олицетворяющей конечный результат. Влево к «хвосту» идет горизонтальный «хребет», от которого отходят линии – «ребра». Каждое «ребро» соответствует наиболее видимой причине полученного результата.

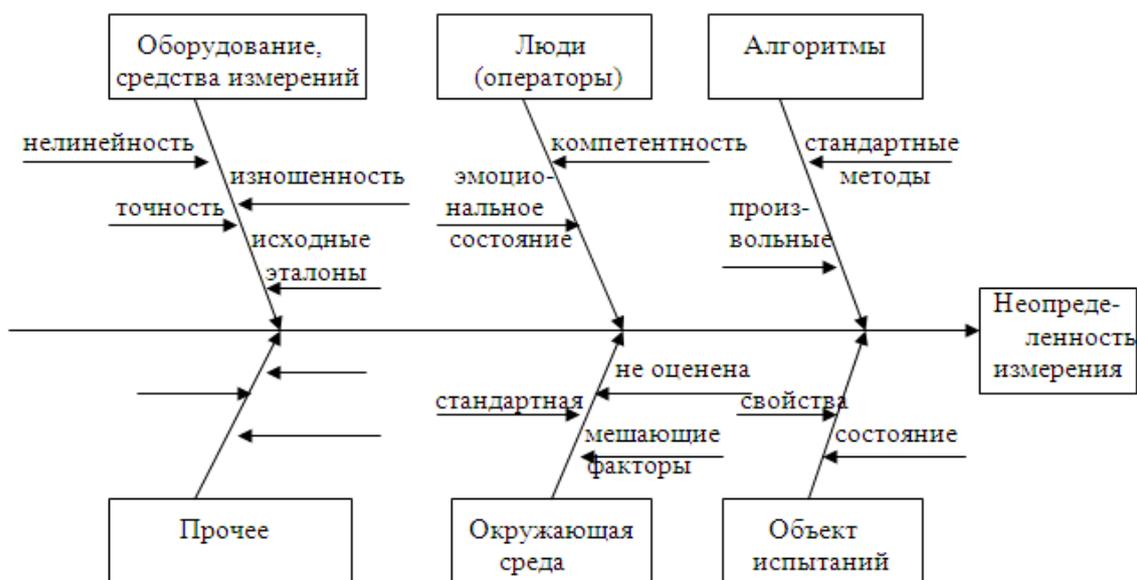


Рис. 3.15. Вид диаграммы Ишикавы

От каждого «ребра» могут отходить более мелкие линии – подпричины. Проследить всю последовательность подпричин от первой до последней и в обратном направлении – от последней до первой крайне важно для выяснения ошибочных действий или досадных просчетов. Такая, казалось бы, простая схема позволяет обнаружить самые глубинные причины неудачи или успеха, о которых нелегко было бы догадаться без наглядного разбора всех нюансов измерительного процесса.

Изложенное свидетельствует, что оценка неопределенности, так же как и погрешности, базируется на математической статистике.

К настоящему времени выработаны определенные принципы и правила использования статистических методов в метрологии. Основные из них:

1. Оценка значения измеряемой величины всегда сопровождается оценкой точности измерений.

2. Оценки значения измеряемой величины и соответствующей точности признаются достоверными только при проверке согласия экспериментальных данных с принятой моделью при обработке данных.

3. Модели экспериментальных данных, используемые в метрологии, должны базироваться на определенных физических закономерностях или являться результатом коллективного обсуждения и одобрения (как, например, общепринято использование равномерного закона распределений при моделировании систематических погрешностей).

4. Алгоритмы обработки данных и оценивания точности измерений должны быть регламентированы международными стандартами ИСО, МОЭМ и др.

Последний принцип непосредственно направлен на обеспечение единства измерений в части обработки и представления их результатов. Поэтому его реализация необходима в методиках измерений и поверок, которые находятся в сфере государственного метрологического надзора и контроля.

Надо отметить, что внедрение концепции неопределенности измерений обеспечивает прозрачность и единообразие методов оценивания точности. Здесь полезным оказался унифицированный подход, использующий стандартные неопределенности входных данных. Этот подход базируется на статистическом тождестве: дисперсия суммы случайных величин равна сумме дисперсий этих величин и их попарных ковариаций, – которое справедливо вне зависимости от закона распределения этих величин. Следует признать, что простота и однозначность в вычислении неопределенности нарушаются при переходе на заключительном этапе оценивания неопределенности от стандартной неопределенности к расширенной неопределенности входной величины, при котором имеет значение закон распределения выходной величины. Здесь вступают в определенное противоречие перечисленные выше принципы: использовать в каждом конкретном случае модели, наиболее адекватно описывающие экспериментальные

данные (принцип 2), и обеспечить унифицированные подходы к обработке данных в типовых метрологических задачах (принцип 4). На сегодняшний день предпочтение тому или иному принципу отдается исходя из конкретной измерительной задачи. Достаточно часто на практике требование простоты алгоритма обработки по-прежнему играет большую роль и является в определенной степени синонимом требования унифицированности алгоритма, поэтому для разрешения противоречия принимают соглашение использовать коэффициент охвата 2 при уровне доверия 0,95 и коэффициент 3 – при 0,99. В математической статистике существуют различные альтернативы такого упрощенного подхода, основанные на робастных и непараметрических процедурах, использующие обобщения нормального закона, усеченные законы распределения и многие другие.

При вычислении неопределенности измерений в процедурах калибровки и поверки СИ необходимо учитывать следующее. Если абстрагироваться от того факта, что поверка СИ попадает в сферу государственного метрологического контроля и надзора, а калибровка нет, то следует признать, что измерительные эксперименты при калибровке и поверке, как правило, мало различаются. При калибровке устанавливаются метрологические характеристики (МХ) СИ, а при поверке делается заключение о соответствии этих характеристик требуемым нормам. Поэтому, по сути, в большинстве случаев калибровка является составной частью поверки.

Результатом калибровки является оценка МХ СИ, которая должна сопровождаться указанием соответствующей неопределенности (принцип 1). Например, если устанавливается систематическая погрешность СИ (поправка), то ее оценка должна сопровождаться указанием соответствующей неопределенности. Это справедливо и по отношению к другим МХ СИ (калибровочным кривым и др.). Особо подчеркнем, что в соответствии с определением МХ СИ применяются для вычисления результата измерения и оценки его точности, но ни в коем случае сами по себе не являются характеристиками точности результата измерения. Случайные погрешности измерений при калибровке складываются из случайных погрешностей эталонного и поверяемого СИ и, разумеется, отличны от случайных погрешностей результата измерения, полученного с применением поверяемого СИ в соответствии с конкретной МВИ. Поэтому выбор числа измерений при калибровке и измерении, вообще говоря, совершенно не связанные между собой вопросы. Характеристики точности МВИ устанавливаются в результате метрологической аттестации, которая базируется на

экспериментальных исследованиях и информации о используемом СИ, содержащейся в сертификатах калибровок (поверок).

Вычисление неопределенности измерений при калибровке (поверке) не отличается от общей процедуры вычисления неопределенности, хотя формально методики поверки не содержат вычисления неопределенности измерений. Как правило, в этих методиках оценивают некоторую МХ СИ, а затем оценку сопоставляют с предельным значением. Если оценка не превышает указанной границы, то принимают решение о положительных результатах поверки. Совершенно очевидно, что при таком подходе заключение о значении МХ СИ можно признать достоверным с некоторой вероятностью только в том случае, если неопределенность оценки этой МХ СИ пренебрежимо мала. Следовательно, неопределенность оценки МХ СИ должна оцениваться на этапе разработки методики поверки, а сама методика должна быть такой, чтобы можно было пренебречь данной неопределенностью. Если последнее невозможно или предъявляются особо жесткие требования к достоверности поверки, то устанавливают некоторую заниженную границу для оценок МХ СИ. В некоторых сложных современных методиках поверки, допускающих применение различного поверочного оборудования, прямо включена процедура вычисления неопределенности оценки МХ СИ. Далее сопоставление оценки МХ СИ с установленным пределом происходит с учетом соответствующей неопределенности измерения.

3.10. Погрешность и неопределенность

Важно различать погрешность и неопределенность. **Погрешность** определяется как разность между отдельным результатом и истинным значением измеряемой величины. Таким образом, погрешность имеет единственное значение. В принципе, значение известной погрешности можно учесть как поправку к результату измерения. Поскольку истинное значение величины никогда не известно, то погрешность представляет собой идеализированное понятие. Погрешности не могут быть известны точно.

С другой стороны, **неопределенность** принимает форму интервала значений. Вообще значение неопределенности не может быть использовано для исправления результата измерения.

Неопределенность результата измерения никогда не следует интерпретировать как саму погрешность, а также как погрешность, остающуюся

после внесения поправки. Принято считать, что погрешность как таковая имеет две составляющие, случайную и систематическую.

Случайная погрешность обычно возникает вследствие непредсказуемых изменений влияющих величин. Эти случайные влияния приводят к разбросу при повторных наблюдениях измеряемой величины. Случайную погрешность результата анализа нельзя скомпенсировать с помощью какой-либо поправки, ее лишь можно уменьшить путем увеличения числа наблюдений.

Экспериментальное стандартное отклонение среднего арифметического или среднего ряда наблюдений не является случайной погрешностью среднего, хотя его так иногда называют. Оно является мерой неопределенности среднего, обусловленной некоторыми случайными эффектами. Точное значение случайной погрешности среднего, вызванной этими эффектами, остается неизвестным.

Систематическая погрешность определяется как составляющая погрешности, которая в ходе измерений одной и той же величины остается постоянной или изменяется закономерным образом. Она не зависит от числа выполненных измерений и поэтому не может быть уменьшена путем увеличения числа повторных определений при одних и тех же условиях.

Эффекты, величина которых систематически изменяется в ходе повторных определений, например вследствие недостаточного контроля условий эксперимента, вызывают систематические погрешности, которые уже не являются постоянными. Например, постоянное увеличение температуры во время измерений может привести к прогрессирующим изменениям результатов.

Датчики и преобразователи, у которых в ходе эксперимента проявляются эффекты старения, могут также вносить непостоянные систематические погрешности.

В результат измерения следует вносить поправки на все выявленные значимые систематические эффекты.

Измерительные приборы и системы часто настраивают или калибруют с применением образцов сравнения или эталонов, вводя поправки на систематические эффекты; при этом нужно принимать во внимание неопределенности, присущие этим эталонам, неопределенности поправок.

Еще одним видом погрешности является **грубая погрешность** или **промах**. Такие погрешности делают измерение недостоверным и обычно

возникают из-за ошибки оператора или неправильной работы прибора. Измерения, в которых были обнаружены такие погрешности, должны быть отброшены и исключены из статистического анализа.

Таким образом, оценки неопределенности не учитывают возможности появления промахов.

На практике существует много возможных источников неопределенности при измерениях:

- а) неполное определение измеряемой величины;
- б) несовершенная реализация определения измеряемой величины;
- в) нерепрезентативная выборка – измеренный образец может не представлять определяемую измеряемую величину;
- г) неадекватное знание эффектов от условий окружающей среды, влияющих на измерение, или несовершенное измерение условий окружающей среды;
- д) субъективная систематическая погрешность оператора при снятии показаний аналоговых приборов;
- е) конечная разрешающая способность прибора или порог чувствительности;
- ж) неточные значения, приписанные эталону;
- з) неточные значения констант и других параметров, полученных из внешних источников и используемых в алгоритме обработки данных;
- и) аппроксимация и предположения, используемые в методе измерения и измерительной аппаратуре;
- к) изменения в повторных наблюдениях измеряемой величины при явно одинаковых условиях.

(Эти источники не обязательно являются независимым и некоторые из них (от *a* до *и*) могут вносить вклад в источник *к*).

Однако имеются ситуации, когда понятие «неопределенность» может быть более удобным. В задачах лабораторных измерений высшей точности требуется оценивать истинное значение измеряемой величины (например, при аттестации эталонов, определениях значений фундаментальных констант и т.д.). При этом может оказаться целесообразным указывать тот доверительный интервал, который с известной вероятностью (доверительной вероятностью) покрывает истинное значение измеряемой величины. Этот интервал действительно адекватен понятию «неопределенность»

истинного значения измеряемой величины». В подобных задачах понятие «погрешность измерения» теоретически оказывается излишним.

В настоящем пособии использованы следующие термины и определения:

границы неисключенной систематической погрешности ($\pm\Theta$) – значения неисключенной систематической погрешности (далее – НСП), ограничивающие интервал, внутри которого находится искомое значение этой погрешности;

доверительные границы НСП [$\pm\Theta(p)$] – значения НСП, ограничивающие интервал, внутри которого с заданной вероятностью находится искомое значение этой погрешности;

погрешность передачи размера единицы величины – погрешность результата измерений, выполняемых при передаче размера единицы. В погрешность передачи размера единицы входят НСП и случайные погрешности метода и средств измерений, используемых при передаче размера единицы;

доверительные границы суммарной погрешности результата измерений (доверительная суммарная погрешность) [$\pm\Delta(p)$] – значения суммарной погрешности (композиции случайных погрешностей и НСП), ограничивающие интервал, внутри которого с заданной вероятностью находится значение искомой суммарной погрешности;

неопределенность (измерений) – параметр, связанный с результатом измерений и характеризующий рассеяние значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине (по РМГ 43-2001). Этим параметром может быть, например, стандартное отклонение или ширина доверительного интервала;

стандартная неопределенность (u) – неопределенность результата измерений, выраженная в виде среднего квадратического отклонения (СКО) S (по РМГ 43-2001), т.е. $u = S$;

расширенная неопределенность (U) – границы интервала, в пределах которого находится большая часть распределения значений, которые могли бы быть приписаны измеряемой величине;

неопределенности первичного эталона – неопределенности измерений, выполняемых при воспроизведении единицы физической величины, и неопределенности, оцененные на основе анализа экспериментальных данных исследований комплекса средств измерений и других технических

средств, входящих в состав эталона, анализа метода воспроизведения единицы величины, действия влияющих величин, результатов международных сличений эталонов;

нестабильность – изменение оценок погрешности и оценок неопределенности за указанный промежуток времени.

3.11. Этапы оценивания погрешностей и неопределенностей

1. Стандартные оценки.

Абсолютную погрешность Δ измерений традиционно определяют как разность

$$\Delta = X_g - X_i,$$

где X_g – действительное (истинное) значение физической величины;

X_i – результат измерения.

Другие виды погрешностей (относительную, приведенную), используемых в отечественных стандартах, здесь не рассматриваем.

Обычный путь количественной оценки диапазона (разброса) – нахождение стандартного отклонения S . Стандартное отклонение выборки из N измерений – число (цифра), которое говорит как (насколько) индивидуальное (отдельное) измерение (X_i) отличается от среднего значения (\bar{X}) выборки измерений:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N - 1}}.$$

Истинное значение стандартного отклонения может быть найдено (оценено) только из очень большого числа результатов. Из умеренного (среднего) числа значений может быть проведена только оценка его значения. Символ S обычно используется только для оценки стандартного отклонения.

Чтобы количественно выразить неопределенность, необходимо иметь два числа:

- одно из них – ширина диапазона или интервал;
- другое – уровень доверия, который показывает уверенность в том, что «реальное значение» находится в этом пределе.

Стандартная неопределенность (u) для единичного результата измерений X_i выражается в виде квадратического отклонения

$$u(X_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N-1}},$$

то есть $S = U(X_i)$.

Для получения стандартной неопределенности все входящие в нее неопределенности должны быть выражены для одного и того же уровня вероятности (доверия). Стандартная неопределенность свидетельствует не только о размахе значений, но и о неопределенности среднего.

Независимо от источника неопределенности измерения приняты два подхода к ее оценке: «тип А» и «тип В». В большинстве случаев необходимо использовать оба типа.

Неопределенность типа А оценивают, используя статистику (обычно из многократных измерений). Стандартная неопределенность по типу А является фактически статистической оценкой дисперсии S^2 , т.е. $u = S$.

Неопределенность типа В оценивается из любых других источников (информации, сведений). Это может быть информация из прошлого опыта измерений, сертификатов калибровки, спецификаций производителей, вычислений и расчетов, опубликованных сведений (информации) и здравого смысла.

Существует соблазн считать, что «тип А» определяют случайные причины, а «тип В» – систематические, но это не всегда верно.

2. Оценивание неисключенной систематической погрешности.

Если НСП, присущая эталону, имеет несколько (m) составляющих, то (границу) доверительную границу результата их суммирования (Θ), ($\Theta(p)$) вычисляют по формуле

$$\Theta = \pm \sum_{i=1}^m |\Theta_i|, \text{ если } m \leq 2; \quad (3.68)$$

$$\Theta(p) = \pm k \sqrt{\sum_{i=1}^m \Theta_i^2}, \text{ если } m \geq 3, \quad (3.69)$$

где Θ_i – граница i -й составляющей НСП СИ;

k – коэффициент, определяемый выбранной доверительной вероятностью, числом составляющих НСП Θ_i и их соотношением.

Значение коэффициента k для доверительной вероятности, равной 0,99, при числе НСП больше четырех ($m > 4$) принимают равным 1,4 ($k = 1,4$), при меньшем числе НСП ($m \leq 4$) значение коэффициента определяют по графику, приведенному в ГОСТ 8.207-76.

Для доверительной вероятности, равной 0,95, значение $k = 1,1$.

3. Оценивание случайной составляющей и стандартной неопределенности по типу А.

СКО среднего арифметического $S_{\bar{x}}$ результатов прямых измерений при воспроизведении размера единицы величины и стандартную неопределенность, оцениваемую по типу А (u_A), среднего арифметического результатов прямых измерений при воспроизведении размера единицы величины вычисляют по формуле

$$S_{\bar{x}} = u_A \sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 / n (n - 1)}, \quad (3.70)$$

где x_i – i -й результат измерений при воспроизведении размера единицы величины; n – число результатов измерений; \bar{x} – среднее арифметическое результатов измерений.

При многократных измерениях должна быть обеспечена независимость отдельных измерений.

4. Определение стандартной неопределенности по типу В.

Стандартную неопределенность, обусловленную неисключенной систематической погрешностью (НСП), заданной своими границами $\pm \Theta$, оценивают по типу В по формуле

$$u_B = \frac{\Theta}{\sqrt{3}}. \quad (3.71)$$

Стандартную неопределенность, обусловленную неисключенной систематической погрешностью, имеющей несколько составляющих, заданных своими границами $\pm \Theta$, оценивают по типу В по формуле

$$u_B = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m \Theta_i^2}{3}} = \sqrt{\frac{\Theta(p)}{3 - k}}. \quad (3.72)$$

В большинстве случаев измеряемая величина Y не является прямо измеряемой, а зависит от N других измеряемых величин $X_1, X_2, X_3, \dots, X_N$ через функциональную зависимость:

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_N)$$

В этом случае стандартная суммарная неопределенность и доверительные границы НСП определяются по другим формулам.

5. Оценивание СКО результата и стандартной неопределенности, оцениваемой по типу А, косвенно измеряемой величины.

СКО $S_{\bar{y}}$ и стандартную неопределенность, оцениваемую по типу А, $u_{A\bar{y}}$ результата косвенных измерений величины, являющейся функцией $y = f(x_1, x_2, \dots, x_m)$, вычисляют по формулам соответственно

$$S_{\bar{y}} = \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} S_{\bar{x}_i} \right)^2}, \quad u_{A\bar{y}} = \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} u_{A_i} \right)^2}, \quad (3.73)$$

где $S_{\bar{x}_i}$ – СКО среднего арифметического результатов измерений величины x_i ;

$\partial f / \partial x_i$ – i -я частная производная функции $y = f(x_1, x_2, \dots, x_m)$.

6. Определение границы (доверительной границы) НСП.

Границу (доверительную границу) НСП результатов косвенных измерений в зависимости от числа величин x_1, x_2, \dots, x_m , содержащих одну НСП, вычисляют по формулам (3.68) или (3.69), в которых

$$\Theta_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \Theta_{x_i},$$

где Θ_{x_i} – НСП результата измерений величины x_i .

Доверительные границы НСП $\Theta(p)$ результата косвенных измерений при наличии в результатах измерений каждой из величин x_1, x_2, \dots, x_m несколько НСП вычисляют по формуле

$$\Theta(p) = \pm k \sqrt{\sum_{i=1}^l \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \Theta_{x_i} \right)^2 + \sum_{i=l+1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \Theta_{x_j}(p_i) / k_i \right)^2}, \quad (3.74)$$

где l – число величин x_1, x_2, \dots, x_m , НСП которых представлена границами;

$\Theta(p)$ – доверительная граница НСП результата измерений величины x_j ;

k, k_i – коэффициенты, соответствующие доверительной вероятности p и p_i соответственно.

7. Определение стандартной неопределенности, оцениваемой по типу В, $u_{B\bar{y}}$ косвенно измеряемой величины.

Стандартную неопределенность косвенно измеряемой величины, обусловленную НСП, определяемую границами Θ_{xi} и $\Theta_{xj}(p_i)$ вычисляют по типу В по формуле

$$u_{B\bar{y}} = \sqrt{\sum_{i=1}^l \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{\Theta_{xi}}{\sqrt{3}} \right)^2 + \sum_{i=l+1}^{nl} \left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \cdot \frac{\Theta_{xi}}{k_i \cdot \sqrt{3}} \right)^2}, \quad (3.75)$$

8. Определение доверительных границ суммарной погрешности.

Доверительные границы суммарной погрешности $\Delta(p)$ вычисляют по формуле

$$\Delta(p) = \pm t_{\Sigma} S_{\Sigma}, \quad (3.76)$$

где t_{Σ} – коэффициент, определяемый доверительной вероятностью p и отношением $\frac{\Theta}{S}$;

S_{Σ} – суммарное СКО результата измерений, обусловленного воздействием случайных погрешностей и НСП.

Значение коэффициента t_{Σ} вычисляют по формуле

$$t_{\Sigma} = \frac{(t S_x + \Theta)}{(S_x + S_{\Theta})}, \quad (3.77)$$

где t – коэффициент Стьюдента, соответствующий доверительной вероятности p и числу степеней свободы $(n - 1)$;

Θ – НСП вычисляют по формулам (3.68), (3.69) или (3.70) в зависимости от числа составляющих НСП.

Суммарное СКО результата измерений S_{Σ} , обусловленного воздействием случайных погрешностей и НСП, вычисляют по формулам соответственно:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_x^2 + \sum_{i=1}^m \frac{\Theta_i^2}{3}}, \quad (3.78)$$

- если составляющие НСП представлены границами;

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_x^2 + \sum_{i=1}^m \frac{\Theta_i^2(p_j)}{3k_j^2}}, \quad (3.79)$$

- если составляющие НСП представлены доверительными границами;

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_x^2 + \sum_{i=l+1}^l \frac{\Theta_i^2}{3} + \sum_{i=l+1}^m \frac{\Theta_i^2(p_j)}{3k_j^2}}, \quad (3.80)$$

- если часть составляющих НСП представлена границами, а часть составляющих НСП – доверительными границами.

9. Определение расширенной неопределенности эталона для уровня доверия p .

Расширенную неопределенность вычисляют по формуле

$$U_{(p)} = K \cdot \sqrt{u_A^2 + u_B^2}, \quad (3.81)$$

где u_A – стандартная неопределенность, оцениваемая по типу А: при прямых многократных измерениях x_1, x_2, \dots, x_n стандартную неопределенность можно обозначить как u_A ; при косвенных измерениях – u_{Ay} ;

u_B – стандартная неопределенность, оцениваемая по типу В; при прямых многократных измерениях x_1, x_2, \dots, x_n стандартную неопределенность можно обозначить как u_B ; при косвенных измерениях – u_{By} ;

K – коэффициент охвата, выбираемый в зависимости от принимаемого закона распределения возможных значений измеряемой величины и заданного уровня доверия (доверительной вероятности) по табл. 3.4.

Таблица 3.4

Уровень доверия	Коэффициент охвата	
	Закон распределения	
	Нормальный	Равномерный
0,95	2	1,65
0,99	3	1,71

Как правило, для расчетов принимают $K = 3$.

3.12. Пример вычисления погрешности эталона (по данным ВНИИМ)

Погрешности рабочего эталона единицы длины – штрихового метра при сличении с первичным эталоном интерференционным методом определены на основе десяти результатов измерений ($n = 10$); результат измерений $\bar{x} = 1 \text{ м} + 1,47 \text{ мкм}$.

СКО результата измерений при сличении рабочего эталона с первичным $S = 0,023 \text{ мкм}$.

Вычислены НСП:

из-за неточного определения показателя преломления

воздуха $\Theta_1 = 0,030 \text{ мкм}$

из-за неточного значения длин волн $\Theta_2 = 0,016 \text{ мкм}$

из-за неточного знания температуры $\Theta_3 = 0,026 \text{ мкм}$

из-за неточного определения поправок на размер коллиматорной щели $\Theta_4 = 0,002 \text{ мкм}$

Требуется определить доверительные границы суммарной погрешности рабочего эталона.

Решение:

По формуле (3.69) определяют границы НСП

$$\Theta(p) = 1,1 \sqrt{(0,030)^2 + (0,016)^2 + (0,026)^2 + (0,002)^2} = 1,1 \sqrt{0,001836} = 0,047$$

$\Theta(p) = 0,047 \text{ мкм}$; $p = 0,95$. Принимается, что каждая из составляющих НСП имеет равномерное распределение, число их $N = 4$.

По формуле (3.75) вычисляют суммарное СКО суммы случайных погрешностей и НСП S_Σ

$$S_\Sigma = \sqrt{0,000529 + 0,000740} = 0,035 \text{ мкм}.$$

Вычисляют доверительные границы суммарной погрешности $t_\Sigma S_\Sigma$, полагая распределение случайных погрешностей нормальным. Для этого предварительно вычисляют коэффициент t_Σ по формуле (3.74)

$$t_\Sigma = \frac{0,060 + 0,047}{0,027 + 0,023} = 2,14.$$

Доверительные границы суммарной погрешности эталона для вероятности 0,95 равны

$$\Delta(0,95) = 2,14 \cdot 0,035 \text{ мкм} = 0,075 \text{ мкм} \approx 0,08 \text{ мкм}$$

Доверительные границы суммарной погрешности можно рассчитать, воспользовавшись формулой (3.76).

Соотношение

$$\frac{\Theta}{S} = \frac{0,047}{0,023} = 2,043, \quad K = 0,72,$$

$$\Delta(0,95) = 9,72(0,060 + 0,047) = 0,077 \text{ мкм} \approx 0,08 \text{ мкм}.$$

Из исследований платино-иридиевой штриховой меры (рабочий эталон) за ряд лет установлено, что его максимальная нестабильность не превышает 0,10 мкм в год, т.е. $\nu = 0,10$ мкм/год.

Следовательно, результат измерений, полученный из 10 экспериментальных данных, равен $1 \text{ м} + 1,47 \text{ мкм}$. При этом суммарная погрешность, состоящая из НСП и случайных погрешностей при доверительной вероятности 0,95, составляет $\pm 0,08$ мкм.

Форма представления результата может быть следующей:

$$\bar{x} = 1 \text{ м} + 1,47 \text{ мкм}; \quad \Delta(0,95) = \pm 0,08 \text{ мкм}, \quad n = 10.$$

Нестабильность эталона $\nu = 0,10$ мкм/год.

Оценивание неопределенности рабочего эталона

Используя исходные данные о погрешностях эталона, стандартная неопределенность, оцениваемая по типу А, равна $u_A = 0,023$ мкм.

Стандартную неопределенность, оцениваемую по типу В, вычисляют по формуле

$$u_B = \sqrt{\frac{0,030^2}{3} + \frac{0,016^2}{3} + \frac{0,026^2}{3} + \frac{0,002^2}{3}} = 0,025 \text{ мкм}.$$

Суммарная неопределенность эталона равна

$$u_c = \sqrt{0,023^2 + 0,025^2} = 0,035 \text{ мкм}.$$

Расширенную неопределенность для уровня доверия $p = 0,95$ эталона вычисляют по формуле

$$U(0,95) = 2 \cdot 0,035 = 0,07 \text{ мкм}$$

Формула представления результата может быть следующей:

$$\bar{x} = 1 \text{ м} + 1,47 \text{ мкм}; \quad U(0,95) = \pm 0,07 \text{ мкм}, \quad n = 10.$$

Нестабильность эталона $\nu = 0,10$ мкм/год.

Глава 4. ПОВЕРКА И КАЛИБРОВКА В СФЕРЕ НАНОМЕТРОЛОГИИ

4.1. Общие сведения

Соответствие метрологических характеристик средств измерений (СИ) установленным для них требованиям оценивается при проведении поверки и калибровки.

Поверка СИ – установление органом государственной метрологической службы (или другим официально уполномоченным органом, организацией) пригодности СИ к применению на основании экспериментально определяемых метрологических характеристик и подтверждения их соответствия установленным обязательным требованиям.

Калибровка СИ – совокупность операций, выполняемых с целью определения и подтверждения действительных значений метрологических характеристик и/или пригодности к применению СИ, не подлежащих государственному контролю и надзору.

Калибровка производится с использованием эталонов единиц величин, которым передано значение единицы величины от государственного эталона соответствующей единицы величины. Другими словами, поверка и калибровка проводятся с целью подтверждения пригодности СИ к применению.

В России, как и в большинстве развитых стран мира, поверка является государственной функцией. Она реализуется, в основном, силами Государственной метрологической службы (ГМС).

Таким образом, можно сделать вывод, что цель поверки в конечном счете – подтверждение и официальное удостоверение того, что СИ соответствует предъявляемым к нему законодательно установленным требованиям и пригодно к эксплуатации. Результаты калибровки, проведенной, например, при аккредитации и при условии выполнения иных законодательно оговоренных в статье требований, могут быть использованы в качестве доказательств при разрешении споров, в т.ч. и в суде.

Все СИ, где бы они ни применялись, должны подвергаться обязательному метрологическому контролю. Средства измерений, не подлежащие поверке, могут подвергаться калибровке при выпуске из производства или ремонта, при ввозе по импорту, при эксплуатации, прокате и продаже.

В целях защиты граждан и государства калибровка, как и поверка, отличаясь от последней лишь сферой применения и исполнителями, преследует ту же цель: подтвердить соответствие СИ установленным требованиям с целью допуска его в эксплуатацию.

Калибровка, сличение – совокупность операций, устанавливающих в заданных условиях соотношения между значениями величин, показанных СИ или измерительной системой, или значениями, представленными мерой или образцовым веществом, и соответствующими значениями, воспроизводимыми эталонами. Причем:

- результат калибровки позволяет или приписать значения измеряемых величин показаниям, или определить поправки к показаниям;
- калибровкой можно также определить другие метрологические свойства, например эффект влияющих величин;
- результат калибровки можно записать в документе, который называется иногда сертификатом о калибровке или протоколом калибровки.

Следовательно, сутью операции калибровки является установление действительных метрологических характеристик СИ. То есть калибровка, как и поверка, есть часть системы метрологического обеспечения [29].

Одновременно поверка и калибровка – есть составные части системы передачи размера величины.

Как известно, под измерением понимают «совокупность операций по применению технического средства, хранящего единицу физической величины, обеспечивающих нахождение соотношения (в явном или неявном виде) измеряемой величины с ее единицей и получение значения этой величины». Следовательно, для выполнения любых измерений необходимо воспроизвести известное значение величины и сопоставить его с величиной измеряемой. При этом необходима уверенность, что значение величины, воспроизводимое или хранимое СИ, воспроизводится с погрешностью, не превышающей установленных пределов в течение заданного промежутка времени. Использование понятия неопределенности наряду с понятием «погрешность» не меняет сути дела. Создание технических устройств, воспроизводящих и хранящих значение величины с высокой точностью и на протяжении длительного времени, весьма сложно и дорого. В настоящее время в подавляющем большинстве случаев используется подход, при котором такая величина воспроизводится специальным устройством или комплексом устройств – эталонов, а затем ее размер передается менее точ-

ным устройствам. Наиболее точный эталон в стране принято называть первичным. Таким образом, размер величины передается по цепочке сравнений от более точных к менее точным устройствам до тех пор, пока не будет передан интересующему нас рабочему СИ. Поскольку каждое сравнение вносит определенную, пусть даже небольшую, погрешность в окончательный результат передачи размера величины, то, чем больше будет звеньев в цепи передачи, тем больше будет накопленная погрешность. Поэтому в системе передачи размера величины желательно иметь по возможности минимальное количество ступеней. Хороший пример на эту тему приведен в «Руководстве к выражению неопределенности в измерении» [29]. Высокоточный эталон напряжения Зеннера калиброван сравнением с эталоном напряжения на эффекте Джозефсона, основанном на принятом значении постоянной Джозефсона, рекомендованном МКМВ (Международный комитет мер и весов) для международного использования. Относительная комбинированная стандартная неопределенность $u_c(V_s)/V_s$ калиброванной разности потенциалов эталона Зеннера в терминах условных значений составляет $2 \cdot 10^{-8}$. Если же $u_c(V_s)/V_s$ записывается в единицах разности потенциалов Международной системы, т.е. в вольтах, то ее величина составит $4 \cdot 10^{-7}$. Это объясняется тем, что в Международной системе единиц значению константы Джозефсона приписана добавочная неопределенность. Из данного примера видно, что необходимость выразить результат измерений в установленных единицах системы СИ может породить дополнительные источники неопределенности. В приведенном примере неопределенность возросла в 20 раз.

Суммарное влияние погрешностей или неопределенностей измерения на каждой последовательной стадии в цепи поверок (калибровок) должно учитываться для каждого эталона и единицы оборудования, которые проходят соответствующие процедуры. В поверке высокоточных СИ необходимо иметь несколько эталонов, равноценных по точности первичному эталону. При этом возникает проблема их периодического сличения между собой.

В условиях России существенное влияние на построение системы передачи размера величины оказывают размеры ее территории и условия транспортирования средств измерений к месту поверки. С момента своего возникновения и до сих пор система передачи размера величины у нас в стране строится как жестко централизованная и организованная по терри-

ториальному принципу. На территориях республик, краев, областей, некоторых крупных городов созданы и функционируют государственные федеральные учреждения, осуществляющие передачу размера величины по основным видам измерений.

Невозможно в одночасье скачком перейти от привычной **ведомственной поверки (которая по сегодняшней терминологии является оценкой соответствия**, метрологическим подтверждением пригодности (см. ИСО 10012:2003)), к калибровке, которая по своей сути не есть оценка соответствия. Но это дело прошлое, а что же сейчас?

Согласно РМГ 29-99 свидетельство о калибровке не является подтверждением соответствия, которое требует установление норм, соответствие которым необходимо подтвердить. В сферах, регулируемых государством, такие требования государством же и устанавливаются. Вне государственно регулируемых сфер эти требования устанавливают поставщик и потребитель. Но установление таких требований нельзя считать чисто метрологической задачей. Подтверждение соответствия, как и поверка, – процедура юридическая, а не чисто техническая (см. международный документ МОЗМ МД № 20 «Первичная и последующая поверка средств измерений и измерительных процессов»), в то время как калибровка – чисто метрологическая процедура. Поэтому, получив результаты калибровки, владелец СИ должен определить, возможно ли дальнейшее использование каждого конкретного СИ, и, если да, то в каких именно измерительных процессах.

Калибровка СИ проводится метрологическими службами юридических лиц с использованием эталонов, соподчиненных государственным эталонам единиц величин. Соответствующие метрологические службы юридических лиц, в том числе частнопредпринимательские, могут быть аккредитованы на право проведения калибровочных работ. При этом аккредитованным метрологическим органам физических лиц предоставляется право выдавать сертификаты о калибровке (от имени организаций, которые их аккредитовали).

Если говорить о калибровке СИ, то возможности ее проведения сопровождаются словом «может», что определяет по существу добровольность калибровки. Возникает вопрос: можно ли использовать СИ, не прошедшие поверки или калибровки? В сферах государственной метрологической деятельности это будет грубым нарушением законодательства. В сферах негосударственной метрологической деятельности, вообще говоря, не

запрещается пользоваться СИ, не прошедшими поверки или калибровки. Предусмотрена ответственность, в том числе и уголовная, за нарушение положений по обеспечению единства измерений, установленных метрологических правил и норм независимо от принадлежности физических и юридических лиц к государственной или негосударственной форме собственности. Это условие определяет основную направленность существующего законодательства – защитить права и законные интересы граждан от отрицательных последствий недостоверных результатов измерений [30].

Законом определено, что государственный метрологический контроль и надзор осуществляются главными государственными инспекторами и государственными инспекторами по обеспечению единства измерений. Поверка СИ проводится государственными инспекторами, аттестованными в качестве поверителей. Государственные инспекторы имеют право, в пределах возложенных на них должностных обязанностей, посещать предприятия, организации, где эксплуатируются, ремонтируются, продаются, хранятся средства измерений, независимо от форм собственности этих предприятий (организаций). При этом государственные инспекторы имеют право проверить состояние и условия применения СИ, а также аттестованных методик для проведения измерений и др.

Определим виды государственного метрологического контроля и надзора отдельно.

Установлены три вида государственного метрологического контроля:

- 1) утверждение типа средств измерений;
- 2) поверка средств измерений (в том числе эталонов);
- 3) лицензирование деятельности юридических и физических лиц по изготовлению, ремонту, продаже и прокату средств измерений.

Государственный метрологический надзор осуществляется:

- за выпуском, состоянием и применением средств измерений, аттестованных методик для выполнения измерений, соблюдением метрологических правил и норм;
- за количеством товаров, отчуждаемых при совершении торговых операций;
- за количеством фасованных товаров в упаковках любого вида при их расфасовке и продаже.

Государственный метрологический контроль и надзор распространяется в основном на государственные сферы. В сферах свободных рыночных отношений вопросы обеспечения единства измерений упорядочивают проведение работ по сертификации СИ, поскольку сертификат соответствия, подтверждающий технический уровень и качество изготовления средств измерений, выдается метрологическим органом, аккредитованным и контролируемым Государственной метрологической службой. Вместе с тем следует иметь в виду, что необходимость и содержание сертификации СИ как добровольной процедуры по выбору сертифицируемых параметров, объему их проверки, может определяться заявителем.

Калибровка СИ является добровольной процедурой. Но к юридическим лицам, проводящим калибровку СИ, предъявляются практически те же требования, которым должны удовлетворять государственные метрологические органы, проводящие поверку СИ, в частности требования к размерам производственных помещений, квалификации персонала, наличию и метрологической исправности эталонов [30].

Важнейшим элементом метрологического обеспечения средств измерений, применяемых в nanoиндустрии, являются эталонные меры и стандартные образцы свойств и состава наноструктурированных материалов. Для каждого вида измерений производится разработка конструкции эталонных мер и стандартных образцов различных наноструктурированных материалов, которые с заданной точностью и высокой стабильностью должны воспроизводить требуемый физический параметр.

Обеспечение единства измерений геометрических параметров nanoобъектов является первоочередной задачей в nanoиндустрии. Вопросы обеспечения единства измерений не менее важны и при измерении физико-химических параметров и свойств nanoобъектов, таких как механические, оптические, электрические, магнитные, акустические и др. Все эти проблемы требуют привязки к эталону, воспроизводящему единицу данной физической величины. В частности, в области нанотехнологий требуется обязательная привязка к эталону единицы длины.

Обеспечение единства измерений в нанотехнологиях базируется на ряде факторов и требований:

во-первых, это эталоны физических величин и эталонные установки, а также стандартные образцы состава, структуры и свойств для обеспечения передачи размера единиц физических величин в нанодиапазоне;

во-вторых, это аттестованные или стандартизованные методики измерений физико-химических параметров и свойств объектов нанотехнологий, а также методики калибровки (поверки) самих средств измерений, применяемых в нанотехнологиях;

в-третьих, это метрологическое сопровождение самих технологических процессов производства материалов, структур, объектов и иной продукции нанотехнологий;

в-четвертых, точные, достоверные и прослеживаемые измерения являются основой обеспечения успешного и безопасного развития нанотехнологий, а также доказательной базой для оценки и подтверждения соответствия продукции nanoиндустрии.

Структурная схема прослеживаемости измерений в нанометрологии линейных размеров приведена на рис. 4.1.

Для практической нанометрологии важное значение имеет разработка стандартов на методики выполнения измерений параметров нанообъектов и нанопроцессов, методик поверки и разработка контрольных (калибровочных) образцов (мер), позволяющих обеспечить калибровку применяемой в нанотехнологиях измерительной аппаратуры, а также разработка и тестирование программного обеспечения при проведении калибровки в нанометрологии.

Калибровочные образцы (меры) – важные элементы всех измерительных нанотехнологий. Зарубежные производители измерительной аппаратуры, применяемой в nanoиндустрии, обеспечивают аппаратуру собственными калибровочными образцами (мерами). Поэтому результаты, полученные в одной и той же среде с использованием одних и тех же измерительных технологий после калибровки оборудования по разным калибровочным образцам (мерам), могут различаться. По этой причине специалисты по нанометрическим измерениям Евросоюза выступили с инициативой сгруппировать многие из имеющихся калибровочных образцов (мер) и провести исследования с целью определения их параметров (характеристик).

Значительный объем работ предстоит выполнить в области создания эталонных мер и тест-объектов, а также системы изготовления и аттестации стандартных образцов состава и свойств наноматериалов, роль которых в последнее время неизмеримо возрастает. Крайне важно также отработать систему своевременной разработки, аттестации и внедрения гармо-

низированных унифицированных методик выполнения измерений, поверки, калибровки и испытаний высокоточных средств измерений, чтобы они не становились «метрологическими барьерами» на пути внедрения инновационных технологий в сфере наноиндустрии.

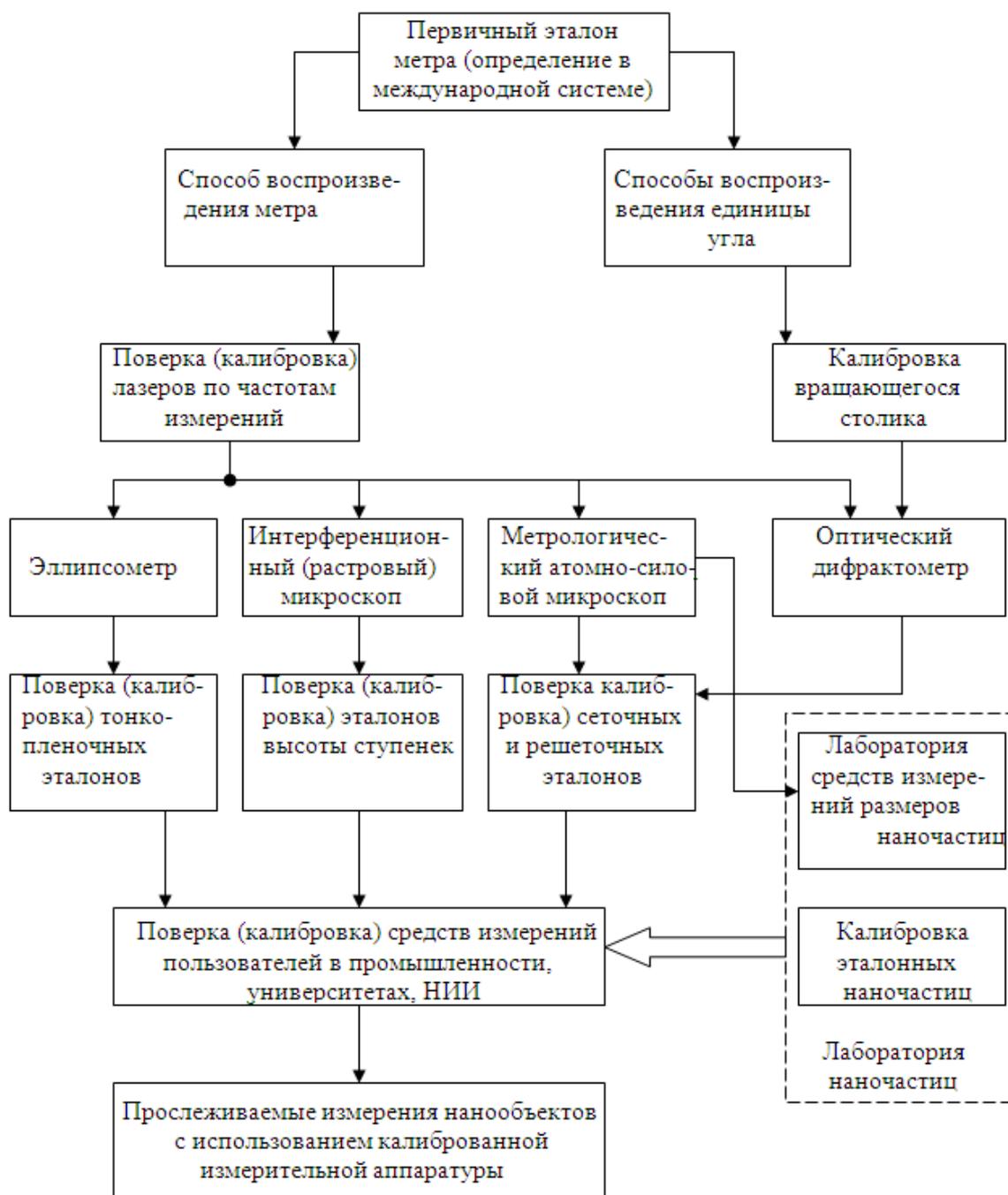


Рис. 4.1. Структурная схема прослеживаемости измерений в области нанометрологии линейных размеров

Методы исследований и измерений свойств нанобъектов – просвечивающая и растровая электронная микроскопии, сканирующая зондовая микроскопия, ионно-полевая микроскопия, фотоэмиссионная и рентгеновская спектрометрия и рентгеновская дифрактометрия и др. – требуют калибровки СИ по стандартным образцам состава, структуры, свойств с известными размерными (т.е. геометрическими) характеристиками.

Измерение длины в нанометровом диапазоне связано с использованием высокоразрешающих методов растровой электронной и сканирующей зондовой микроскопии в сочетании с лазерной интерферометрией и рентгеновской дифрактометрией при сохранении абсолютной привязки к первичному эталону метра.

В России учеными НИЦПВ, ВНИИОФИ, ВНИИМ, ВНИИМС и других организаций [22, 23, 26, 27] концептуально созданы основы метрологического обеспечения измерений длины в диапазоне 1 – 1000 нм. При этом разработаны:

- методология обеспечения единства измерений в диапазоне длин 1 – 1000 нм, основанная на принципах зондовой микроскопии, лазерной интерферометрии и рентгеновской дифрактометрии;

- эталонный комплекс СИ, обеспечивающий воспроизведение и поверку размера единицы длины в диапазоне 1 – 1000 нм с погрешностью 0,5 нм;

- новое поколение мер малой длины для калибровки СИ в диапазоне 1-1000 нм, в том числе меры нанорельефа поверхности;

- методология и алгоритм измерения параметров профиля элементов микро- и наноструктур и пакет компьютерных программ для автоматизации таких измерений.

Важнейшим этапом в решении задач метрологического обеспечения линейных измерений в нанометровом диапазоне явилось создание вещественных носителей размера – мер с программируемым нанорельефом поверхности, обеспечивающих калибровку средств измерений с наивысшей точностью (см. рис. 3.12).

Именно такие трехмерные меры малой длины, или эталоны сравнения, – материальные носители размера, позволяющие осуществлять комплексную калибровку и контроль основных параметров растровых электронных и сканирующих зондовых микроскопов. Меры позволяют по одному ее изображению в растровом электронном микроскопе (даже по одному сигналу), что очень важно для контроля технологических процессов,

выполнить калибровку микроскопа (определить увеличение микроскопа, линейность его шкал и диаметр электронного зонда).

Кроме того, при необходимости подтверждения правильности измерений можно контролировать параметры растрового электронного микроскопа непосредственно в процессе проведения измерений размеров исследуемого объекта, что является дополнительной гарантией высокого качества измерений. Мера позволяет легко автоматизировать линейные измерения и создавать на основе растровых электронных микроскопов автоматизированные измерительные комплексы. В НИЦПВ создан автоматизированный комплекс для линейных измерений в области размеров от 10 нм до 100 мкм на основе растрового электронного микроскопа JSM-6460LV.

Аналогичным образом по заданным параметрам меры проводятся калибровка и контроль таких характеристик атомно-силовых микроскопов, как цена деления и линейность шкал по всем трем координатам, ортогональность систем сканирования, радиус острия зонда (кантилевера), настройка параметров и выход микроскопа в рабочий режим.

Системы калибровки и аттестации атомно-силовых микроскопов успешно внедряются на предприятиях, специализирующихся на создании оборудования для нанотехнологии. Развитие нанотехнологий ужесточает требования к измерительным системам, погрешности измерений которых должны быть сравнимы с межатомными расстояниями. Все это требует серьезного отношения к вопросу обеспечения единства линейных измерений в нанометровом диапазоне.

Растровый электронный и сканирующий зондовый микроскопы только тогда смогут считаться средствами измерений, когда их параметры будут соответствующим образом аттестовываться, калиброваться и контролироваться, причем последнее непосредственно в процессе измерений. Трехмерные меры или эталоны сравнения – материальные носители размера – своеобразный мост между объектом измерений и эталоном метра, являются идеальным средством для осуществления таких операций.

Для обеспечения нормативной базы поверки и калибровки специалистами указанных выше научно-исследовательских институтов разработаны ряд российских стандартов [8 – 14].

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) обеспечивает точное определение расстояний и размеров нанообъектов с нанометровой разрешающей способностью 0,01 нм. Пьезосканеры нуждаются в периодической калибровке с использованием эталонных решеток.

Необходимо отметить несколько факторов, изменяющих параметры калибровки (изменение температуры приводит к так называемым температурным дрейфам и изменениям межатомных расстояний; длина зонда может влиять на линейность шкалы и т.д.). Следовательно, калибровка пьезосканера (пьезопозиционера) должна производиться до и после измерений на неизвестном образце. Параметры калибровки могут быть различными для разных шкал (например, нано- или микрометровая шкала).

На разрешение СЗМ-изображения может сильно влиять и форма острия наконечника СЗМ, характеризуемая радиусом кривизны (коэффициентом формы). Он может быть оценен с помощью калиброванных образцов или коэффициента кремниевых калиброванных решеток. Эти решетки имеют вид шахматной доски с квадратной формы столбиками с острыми срезанными краями. Радиус кривизны края должен быть менее 5 нм, что позволяет определять коэффициент формы с высокой точностью. Кроме того, уже существуют калиброванные стандартные образцы для аттестации аппаратуры с разрешением 0,1 нм.

Однако в процессе измерений конфигурация наконечника может измениться за счет «прилипания» к нему атомов, молекул и небольших кластеров. В результате может измениться разрешающая способность аппаратуры при формировании изображений. Поэтому опытные операторы повторяют формирование изображений с различными наконечниками и используют различные измеряемые параметры, меняя направление сканирования, параметры цепи обратной связи, количество точек и линий.

Поскольку ниже будут использованы некоторые специальные термины, уточним их:

- **медленные вторичные электроны (МВЭ)** - это группа вторичных электронов, возникающая в результате взаимодействия электронного зонда с исследуемым объектом, энергия которых не превышает 50 эВ ($\approx 8 \cdot 10^{-18}$ Дж);

- **эффективный диаметр электронного зонда** - это значение величины, характеризующей поперечный размер электронного зонда, экспериментально определяемое путем обработки кривой видеосигнала в режиме регистрации медленных вторичных электронов (МВЭ) в рамках выбранной модели взаимодействия зонда с веществом;

- **масштабный коэффициент видеоизображения РЭМ (масштабный коэффициент)** – отношение значения длины исследуемого элемента рельефа на объекте измерений к числу пикселей этого элемента на

видеоизображения. Масштабный коэффициент определяют для каждого РЭМ;

- **изображение на экране монитора (видеоизображение)** – изображение на экране монитора в виде матрицы из n строк по m пикселей в каждой, яркость которых прямо пропорциональна значению сигнала соответствующей точки матрицы. Яркость пиксела определяется силой света, излучаемой в направлении глаза наблюдателя.

4.2. Рельефные меры для нанометрового диапазона

4.2.1. Классификация тест-объектов

В пп. 3.2 и 3.3 (гл. 3) приведены результаты теоретических исследований геометрии и точности тест-объектов, используемых для поверки и калибровки электронных сканирующих зондовых микроскопов. Такие тест-объекты разрабатываются в различных странах и возникает проблема выбора их для метрологических операций. С этой целью в работе [33] приведена классификация существующих тест-объектов. Данное исследование полезно и при проектировании новых объектов подобного назначения.

В основу классификации положен профиль рельефа элементов тест-объекта, и наиболее известные из них приведены в табл. 4.1.

Таблица 4.1

Наиболее распространенные тест-объекты для калибровки РЭМ

Тест-объект (страна)	Профиль рельефа	Метод аттестации	Аттестуемый параметр	Номинальный размер, нм	Калибровка РЭМ
НЈ-1000 (Япония)	Прямоугольный	Дифракция	Период	240	Увеличение
SRM-2090 (США)	Трапеция с малыми углами наклона	Интерференция	Шаг	200	Увеличение
BCR-97A/G-7 (Германия)	То же	То же	То же	400	Увеличение
РПС (Россия)	Прямоугольный	Эллипсометрия	Ширина линии	90 – 500	Увеличение. Диаметр зонда
МШПС-2,0К (Россия)	Трапеция с большими углами наклона	Интерференция	Шаг. Ширина линии. Высота рельефа	2000 5 – 1500 100 – 1500	Увеличение. Диаметр зонда. Линейность шкал

С учетом особенностей взаимодействия электронного зонда с рельефной поверхностью все **структуры тест-объектов** можно разделить на четыре основных типа соответственно по рельефу профиля:

- прямоугольные;
- трапецевидные с малыми углами наклона боковых стенок;
- трапецевидные с большими углами наклона боковых стенок;
- трапецевидные с отрицательными углами наклона боковых стенок.

Структуры с отрицательными углами наклона боковых стенок встречаются довольно часто, но в настоящее время отсутствуют методы калибровки РЭМ с помощью таких структур, поэтому здесь они не рассматриваются.

У **структуры с прямоугольным профилем рельефа поверхности** угол φ наклона боковых стенок относительно нормали к поверхности образца (рис. 4.2) удовлетворяет условию

$$\varphi < \varphi_d / 2. \quad (4.1)$$

Неравенство (4.1) поясняется рис. 4.2, на котором сходящийся электронный зонд облучает поверхность структуры (канавки). При этом электроны можно разделить на две составляющие – электроны, входящие в правую и левую части зонда.

На рис.4.2, а ось зонда проходит рядом со стенкой канавки, но вне канавки. Электроны правой части зонда облучают левую боковую стенку канавки, двигаясь из вакуума в твердое тело, а электроны левой части вообще не попадают на эту стенку. На рис.4.2, б ось зонда проходит рядом с левой стенкой, но внутри канавки. При этом электроны левой части зонда пересекают левую стенку канавки и движутся из твердого тела в вакуум, а электроны правой части вообще не попадают на эту стенку.

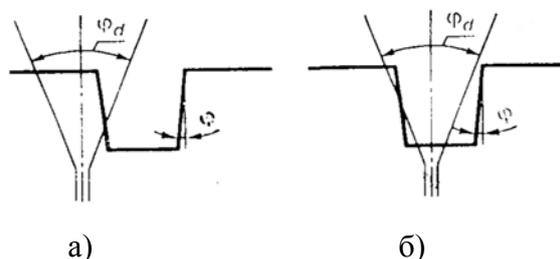


Рис. 4.2. Схема облучения сходящимся пучком электронов структуры с прямоугольным профилем: ось зонда рядом со стенкой вне (а) и внутри (б) канавки

Существует механизм вторичной электронной эмиссии, названный эффектом «стряхивания», который обладает асимметрией: при движении первичных электронов из вакуума в твердое тело происходит эмиссия электронов из поверхностных состояний, а при движении первичных элект-

тронов из твердого тела в вакуум она отсутствует. Поэтому в сигнал в области, соответствующей левой боковой стенке канавки, правая и левая части электронного зонда вносят разный вклад. Аналогичная ситуация наблюдается и у правой стенки канавки (с учетом изменения частей зонда с левой на правую и наоборот). Согласно данным [33] вклад в сигнал эффекта «стряхивания» достигает (для кремния) примерно 50% для горизонтальной поверхности и 100% – для вертикальной. Это приводит к тому, что максимумы сигнала, отвечающие прохождению зонда около стенок канавок, оказываются очень узкими, так как их ширина соответствует только половине диаметра зонда.

Прямоугольные структуры удовлетворяют неравенству (4.1). Поэтому, учитывая значение угла сходимости-расходимости современных зондов РЭМ, прямоугольными считают структуры с углами наклона боковых стенок $\varphi < 0,04^\circ$, а трапециевидными – с углами $\varphi > 0,04^\circ$.

Таким образом, для РЭМ практически все структуры, полученные с помощью микро- и нанотехнологий и используемые в промышленности, являются трапециевидными. Прямоугольные структуры создают по специальным технологиям и применяют только в качестве тест-объектов.

В настоящее время существует два вида прямоугольных структур. В структурах одного вида (НЖ-1000) прямоугольный рельеф получают по технологии анизотропного травления монокремния (см. табл. 4.1). Аттестация периода осуществляется с помощью дифракции лазерного излучения. Эти структуры используют для калибровки увеличения РЭМ.

Другой вид (см. табл. 4.1) – рельефные прямоугольные структуры (РПС), представляющие собой щелевидные канавки в кремнии с прямоугольным профилем и известным с высокой точностью расстоянием между противоположными стенками.

Таблица 4.2

Ширина щелевидных канавок <i>n</i> -РПС и <i>p</i> -РПС	
Ширина, нм	
<i>n</i> -РПС	<i>p</i> -РПС
92,8 ± 0,4	98,9 ± 0,4
128,5 ± 0,3	150,7 ± 0,3
344,4 ± 0,8	369,7 ± 0,8
486,2 ± 0,8	434,7 ± 0,8

В России были изготовлены два вида РПС на основе кремния *n*- и *p*-типов проводимости (*n*-РПС и *p*-РПС соответственно) с разной шириной

канавок (табл. 4.2). Рельефные прямоугольные структуры, объединенные по четыре структуры разной ширины в один тест-объект, применяют для калибровки увеличения РЭМ и измерения диаметра его электронного зонда.

Структура с трапецевидным профилем и малыми углами наклона боковых стенок удовлетворяет условиям

$$\varphi > \varphi_d / 2; \quad (4.2)$$

$$\varphi = \arctg(s/h) < \arctg(d/h). \quad (4.3)$$

На рис. 4.3 показана ситуация, аналогичная приведенной на рис. 4.2, но в случае выполнения неравенств (4.2) и (4.3). При этом электроны правой и левой частей зонда пересекают поверхность левой боковой стенки канавки из вакуума в твердое тело. Поэтому вклады эффекта «стряхивания» в сигнал от правой и левой частей зонда будут одинаковыми. Это приводит к тому, что максимумы сигналов, соответствующие прохождению зонда около стенок канавок, оказываются широкими, так как их ширина определяется шириной проекции боковой стенки и диаметром зонда.

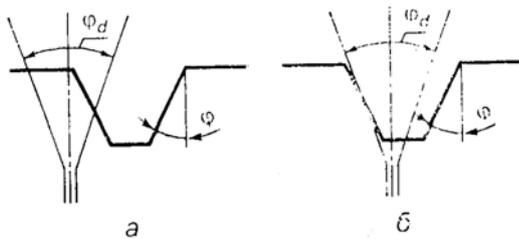


Рис. 4.3. Схема облучения сходящимся пучком электронов структуры с трапецевидным профилем и малыми углами наклона боковых стенок: ось зонда со стенкой вне (а) и внутри (б) канавки

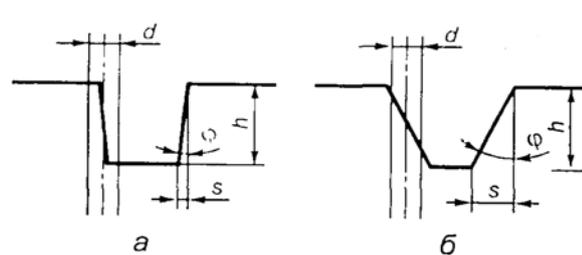


Рис. 4.4. Схемы облучения пучком электронов структуры с трапецевидным профилем и малыми (а) и большими (б) углами наклона боковых стенок

Неравенство (4.2) ограничивает углы наклона боковых стенок структур снизу, а (4.3) – сверху. Более удобно (4.3) представить в виде

$$s = h \operatorname{ctg} \varphi < d,$$

которое указывает, что при его выполнении диаметр зонда столь велик (или проекция боковой наклонной стенки структуры столь мала, но при этом не выполняется условие (4.1)), что зонд засвечивает сразу всю стенку (рис. 4.4, а).

В мировой практике наиболее часто используют две структуры (SRM-2090 и BCR-97A/G-7) с трапецевидным профилем и малыми угла-

ми наклона боковых стенок (см. табл. 4.1). В табл. 4.3 приведены размеры элементов тест-объекта BCR-97A/G-7.

Таблица 4.3

Размеры верхних и нижних оснований элементов тест-объекта BCR-97A/G-7 с номинальным размером шага 400 нм

Элемент	Верх, нм	Низ, нм
Выступ	$211,7 \pm 1,8$	$300,3 \pm 2,3$
Канавка	$194,0 \pm 1,5$	$96,4 \pm 0,8$

Тест-объекты с малыми углами наклона боковых стенок применяют для калибровки увеличения РЭМ.

Структуры с трапециевидным профилем и большими углами наклона боковых стенок должны удовлетворять условию

$$s = h \operatorname{tg} \varphi \gg d. \quad (4.4)$$

Учитывая диаметры зондов и глубину фокусировки современных РЭМ, для высоты (глубины) рельефа структуры 100 нм получаем

$$\varphi \gg \varphi_s = 6 \dots 17^\circ. \quad (4.5)$$

Такие углы наклона боковых стенок значительно больше углов расходимости современных зондов. Поэтому для анализа экспериментов с трапециевидными структурами можно использовать формы зондов без учета их сходимости-расходимости.

На рис. 4.4, б представлена схема облучения зондом левой стенки канавки. В этом случае правая и левая части зонда пересекают левую стенку канавки одинаково (из вакуума в твердое тело). При этом эффект «стряхивания» дает одинаковый вклад в сигнал для правой и левой частей зонда.

При выполнении (4.4) диаметр зонда столь мал (или проекция боковой наклонной стенки структуры столь велика), что электронный зонд не может полностью покрыть проекцию боковой наклонной схемы (см. рис. 4.4, б). В этом случае на очень широких максимумах сигналов, соответствующих прохождению зонда по стенкам канавок, появляются характерные точки излома.

Условию (4.4) соответствуют шаговые структуры тест-объекта МШПС-2,0К с углом наклона боковых стенок выступов и канавок

$$\varphi = \operatorname{arcc} \operatorname{tg} \sqrt{2} \approx 35,36^\circ.$$

Это значительно больше нижней границы (4.5) требуемых углов наклона для того, чтобы структура считалась структурой с большими углами наклона боковых стенок.

В настоящее время выпускают тест-объекты МШПС-2,0К с шагом одного номинального размера (2000 нм) и различными размерами высоты рельефа и ширины выступа (верхнего основания трапеции) от 500 до 5 нм. Размеры (в нанометрах) верхних оснований выступов разных тест-объектов МШПС-2,0К, используемых для определения увеличения и диаметра электронного зонда, а также линейности сканирования растровых электронных микроскопов, работающих в нанодиапазоне, составляют: 87 ± 4 ; 63 ± 1 ; 45 ± 3 ; 30 ± 3 ; 25 ± 2 ; 16 ± 2 ; 13 ± 2 ; $5,4 \pm 1,6$.

Таким образом, классификация тест-объектов по профилю их элементов, основанная на физических механизмах формирования сигнала растрового электронного микроскопа, работающего в режиме регистрации вторичных медленных электронов, позволяет осуществлять их выбор для калибровки РЭМ в нанометровом диапазоне.

4.2.2. Поверка рельефной меры

Для проведения линейных измерений в диапазоне от 10^{-9} до 10^{-6} м используют растровые электронные или сканирующие зондовые атомно-силовые измерительные микроскопы. Для их поверки и калибровки применяют материальные носители единицы длины – меры, размеры элементов которых определяют, используя стабилизированное по частоте лазерное излучение. Длину волны лазерного излучения поверяют с помощью эталона длины.

В нанометровом диапазоне в качестве мер применяют рельефные меры, представляющие собой пластину из монокристаллического кремния, на поверхности которой сформированы элементы рельефа определенной геометрической формы с размерами основных элементов не более 10^{-6} м (ГОСТ Р 8.628-2007).

Этот стандарт устанавливает требования к геометрическим формам и линейным размерам, а также к выбору материала для изготовления рельефных мер нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Рельефные меры могут быть изготовлены с трапецеидальным профилем элементов рельефа. Методика их поверки установлена в ГОСТ Р 8.629-2007, а применение для целей поверки микроскопов установлено:

- для растровых электронных измерительных микроскопов – в ГОСТ Р 8.631-2007;

- для сканирующих зондовых атомно-силовых измерительных микроскопов – в ГОСТ Р 8.630-2007.

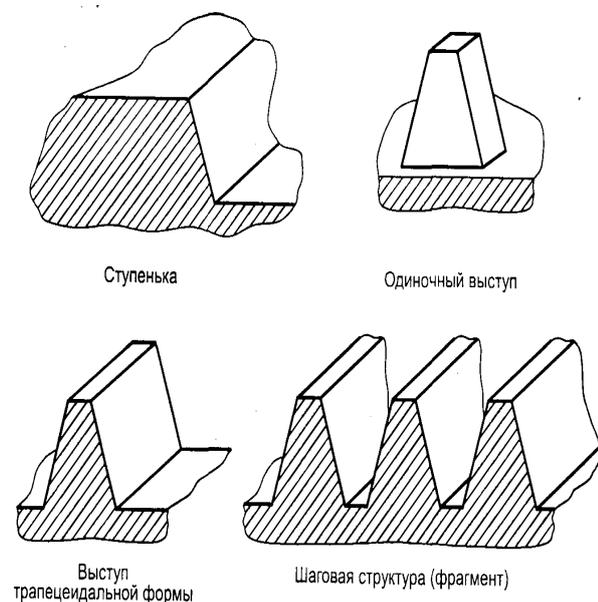


Рис. 4.5. Типовые элементы рельефа рельефной меры

На рабочей поверхности пластины область, занятая рельефной мерой, представляет собой квадрат со стороной не более 10 мм.

Рельеф поверхности рельефной меры – это совокупность отдельных элементов рельефа (выступов, канавок, впадин, ступенек) и одной или нескольких шаговых структур, вспомогательных линий и маркерных знаков. Площадь поверхности, занимаемая указанной совокупностью элементов рельефа, – не более 1 мм².

Схематические изображения наиболее часто используемых элементов рельефа поверхности рельефной меры приведены на рис. 4.5.

Конкретную геометрическую форму элементов рельефа рельефной меры выбирают в соответствии с методиками поверки растровых электронных измерительных микроскопов по ГОСТ Р 8.631-2007 и зондовых сканирующих атомно-силовых измерительных микроскопов по ГОСТ Р 8.630-2007.

Линейные размеры элементов рельефа выбирают из следующих диапазонов значений для:

- ширины линий (верхнее основание выступов) – от $3 \cdot 10^{-8}$ до $5 \cdot 10^{-7}$ м;
- высоты элементов рельефа – от $1 \cdot 10^{-7}$ до $8 \cdot 10^{-7}$ м;
- шага периодически повторяющихся структур – от $1 \cdot 10^{-6}$ до $3 \cdot 10^{-6}$ м.

Операции и средства поверки (ГОСТ Р 8.629-2007).

При проведении первичной и периодических поверок рельефной меры должны быть выполнены операции и применены средства поверки, указанные в табл. 4.4.

Допускается применять другие средства поверки, точность которых соответствует требованиям настоящего стандарта.

К поверке рельефных мер допускаются лица, имеющие опыт работы с атомно-силовыми микроскопами (далее – АСМ) и двухлучевыми лазерными гетеродинными интерферометрами, знающие требования настоящего стандарта, соответственно, аттестованные.

При поверке рельефных мер необходимо соблюдать правила электробезопасности, требования лазерной безопасности и требования по обеспечению безопасности на рабочих местах по ГОСТ 12.2.061.

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды $(20 \pm 3)^\circ \text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- напряжение питающей сети $(100 \pm 4) \text{ кПа}$;
- частота питающей сети $220_{-33}^{+22} \text{ Гц}$.

Параметры окружающей среды измеряют до начала и после окончания измерений, при этом разность показаний должна быть не более:

- температуры окружающей среды – $\pm 1^\circ \text{C}$;
- атмосферного давления – $\pm 300 \text{ Па}$;
- относительной влажности воздуха – $\pm 10 \%$.

Помещение (зона) размещения средств измерений для поверки рельефных мер должно быть в эксплуатируемом состоянии и обеспечивать класс чистоты не более класса 8 ИСО по взвешенным в воздухе частицам размерами 0,5 и 5 мкм и концентрациями, определенными по ГОСТ Р ИСО 14644-1. Периодичность контроля состояния помещения (зоны) определяют по ГОСТ Р ИСО 14644-2. Эксплуатацию помещения (зоны) осуществляют по ГОСТ Р ИСО 14644-5.

Проведение поверки.

1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре поверяемой рельефной меры должно быть установлено:

- соответствие комплекта поставки данным, приведенным в паспорте (формуляре) на рельефную меру;
- отсутствие механических повреждений футляра, в котором осуществлялось хранение и транспортирование рельефной меры;

Операции и применяемые средства поверки

Наименование операции	Наименование средства поверки и его основные технические и метрологические характеристики
Внешний осмотр	Вспомогательный оптический микроскоп (увеличение не менее 400 ^x), входящий в комплект поставки сканирующего зондового атомно-силового микроскопа.
Опробование	<p>Сканирующий зондовый атомно-силовой микроскоп.</p> <p>Вспомогательный оптический микроскоп (увеличение не менее 400^x), входящий в комплект поставки сканирующего зондового атомно-силового микроскопа.</p> <p>Два лазерных двухлучевых интерферометра с источником излучения – гелий-неоновым лазером, длина волны которого стабилизирована по линии насыщенного поглощения в молекулярном йоде и определена с относительной погрешностью не более $3 \cdot 10^{-7}$. В комплект поставки каждого лазерного интерферометра должны входить два зеркала, предназначенные для формирования опорного и информативного лучей, по фазовому сдвигу $\Delta\Phi$ между которыми определяют перемещение поверяемого элемента в процессе его сканирования атомно-силовым микроскопом. Абсолютная погрешность определения фазового сдвига $\Delta\Phi$ - не более 0,002 рад.</p>
Определение метрологических характеристик	<p>Атомно-силовой микроскоп.</p> <p>Вспомогательный оптический микроскоп (увеличение не менее 400^x), входящий в комплект поставки атомно-силового микроскопа.</p> <p>Два лазерных двухлучевых интерферометра с источником излучения – гелий-неоновым лазером, длина волны которого стабилизирована по линии насыщенного поглощения в молекулярном йоде и определена с относительной погрешностью не более $3 \cdot 10^{-7}$. В комплект поставки каждого лазерного интерферометра должны входить два зеркала, предназначенные для формирования опорного и информативного лучей, по фазовому сдвигу $\Delta\Phi$ между которыми определяют перемещение поверяемого элемента в процессе его сканирования атомно-силовым микроскопом. Абсолютная погрешность определения фазового сдвига $\Delta\Phi$ - не более 0,002 рад.</p> <p>Средства измерений параметров окружающей среды с абсолютными погрешностями не более:</p> <ul style="list-style-type: none"> - температуры окружающей среды - $\pm 0,2^\circ \text{C}$; - относительной влажности воздуха - $\pm 3 \%$; - атмосферного давления - $\pm 130 \text{ Па}$.

- предварительный визуальный внешний осмотр рельефной меры для выявления возможных повреждений. С помощью специальных зажимов устанавливают меру на рабочий стол АСМ. При этом должно быть обеспечено плотное прилегание нижней плоскости подложки меры к поверхности рабочего стола АСМ.

С помощью вспомогательного оптического микроскопа осматривают и проверяют качество поверхности рельефной меры. Шаговая структура

поверхности меры должна быть однородной, при этом примерно на 75% поверхности меры не должно быть повреждений маркерных линий, искажений краев элементов рельефа в виде впадин и выступов, соизмеримых с шириной элемента рельефа.

2. Опробование

С помощью вспомогательного оптического микроскопа устанавливают зонд АСМ в положение, соответствующее началу сканирования поверяемого элемента рельефной меры.

Начальное положение определяют следующим образом: зонд АСМ устанавливают на плоскость нижнего основания на расстоянии от поверяемого элемента, равном не менее 20% и не более 50% ширины нижнего основания поверяемого элемента. Аналогично определяют конечное положение зонда АСМ при сканировании.

На неподвижном элементе в камере образцов АСМ устанавливают зеркало лазерного интерферометра, предназначенное для формирования опорного луча, а на рабочем столе АСМ – другое зеркало для формирования информативного луча. Лазерный интерферометр (далее – горизонтальный лазерный интерферометр) располагают вдоль оси, совпадающей с горизонтальным направлением сканирования (далее – ось абсцисс).

Второй комплект зеркал устанавливают на Z-сканере и на неподвижном элементе камеры образцов АСМ. Эти зеркала предназначены для формирования информативного (на Z-сканере) и опорного (на неподвижном элементе камеры) лучей, что позволяет регистрировать перемещение Z-сканера АСМ в вертикальном направлении сканирования (далее – ось ординат). Второй лазерный интерферометр (далее – вертикальный лазерный интерферометр) устанавливают соответственно расположению зеркал.

Горизонтальный и вертикальный лазерные интерферометры должны обеспечивать регистрацию информативных и опорных лучей в процессе сканирования поверяемого элемента. Необходимо также обеспечить для каждого интерферометра взаимную параллельность информативного и опорного лучей при всех положениях стола и Z-сканера АСМ в процессе сканирования поверяемого элемента. Допустимый угол расхождения опорного и информативного лучей для каждого интерферометра не должен превышать 1'.

Взаимное расположение двух лазерных интерферометров в комплекте с зеркалами позволяет в процессе сканирования поверяемого элемента рельефной меры проводить регистрацию видеопрофиля элемента и одно-

временно с этим регистрацию перемещения рельефной меры и Z-сканера двумя лазерными интерферометрами.

В соответствии с инструкцией по эксплуатации АСМ проводят пробное сканирование поверяемого элемента рельефа. При этом:

- выполняют юстировку зеркал в соответствии с инструкцией по экс-

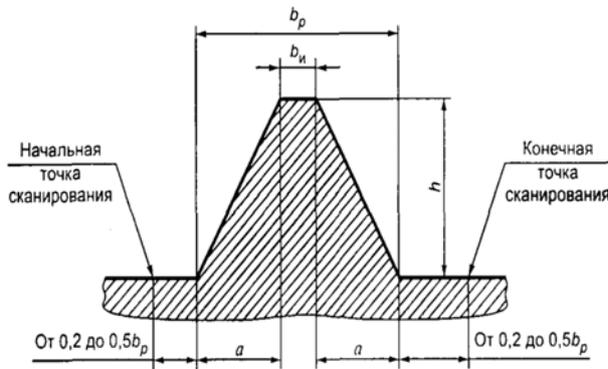


Рис. 4.6. Сечение поверяемого элемента рельефной меры

b_p – ширина нижнего основания выступа;
 b_u – ширина верхнего основания выступа;
 h – высота выступа; α – значение проекции наклонной стенки на плоскость нижнего основания выступа

плуатации лазерных интерферометров;

- путем перемещения и изменения угла наклона детектора лазерного интерферометра обеспечивают совпадение направлений горизонтального сканирования и вертикального перемещения Z-сканера АСМ с соответствующими направлениями информативных и опорных лучей.

3. Определение метрологических характеристик

Проводят измерение параметров окружающей среды и проверяют, соблюдаются ли требования, указанные выше.

В соответствии с инструкциями по эксплуатации АСМ и лазерных интерферометров проводят сканирование поверяемого элемента рельефной меры. Одновременно с помощью лазерных интерферометров проводят измерения горизонтального перемещения подвижной части рабочего стола АСМ и вертикального перемещения Z-сканера АСМ.

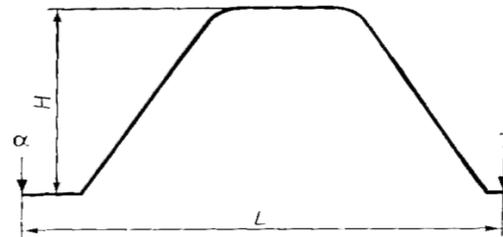


Рис. 4.7. Видеофильм сечения поверяемого элемента рельефной меры, приведенного на рис. 4.2 (направление сканирования – слева направо)

α – точка на видеофильме, соответствующая начальному положению зонда при сканировании; γ – точка на видеофильме, соответствующая конечному положению зонда при сканировании; H – высота выступа, измеренная по видеофильму; L – разность абсцисс конечной и начальной точек горизонтального сканирования, соответствующая величине горизонтального перемещения подвижной части рабочего стола, вычисленная по видеофильму

Сечение выступа трапецеидальной формы и места начального и конечного зонда АСМ приведены на рис. 4.6, а, а видеопрофиль, соответствующий этому выступу, – на рис. 4.7.

Для определения горизонтального перемещения подвижной части рабочего стола АСМ измеряют:

- фазовый сдвиг между информативным и опорным лучами горизонтального лазерного интерферометра $\Delta\varphi_{0v}$, рад, до начала сканирования; при этом зонд АСМ должен находиться в начальной точке, а все элементы АСМ должны быть в неподвижном состоянии (далее – начальный фазовый сдвиг для горизонтального лазерного интерферометра);

- целое число полос интерференции N_G , соответствующее значению фазового сдвига между опорным и информативным лучами горизонтального лазерного интерферометра при сканировании поверяемого элемента;

- значение дробной части фазового сдвига между опорным и информативным лучами горизонтального лазерного интерферометра $\Delta\varphi_G$, рад, при сканировании поверяемого элемента.

Для определения высоты вертикального перемещения Z-сканера АСМ измеряют:

- фазовый сдвиг между информативным и опорным лучами вертикального лазерного интерферометра $\Delta\varphi_{0b}$, рад, до начала сканирования; при этом зонд АСМ должен находиться в начальной точке, а все элементы АСМ должны быть в неподвижном состоянии (далее – начальный фазовый сдвиг для вертикального лазерного интерферометра);

- целое число полос интерференции N_B , соответствующее значению фазового сдвига между опорным и информативным лучами вертикального лазерного интерферометра при сканировании поверяемого элемента;

- значение дробной части фазового сдвига между опорным и информативным лучами вертикального лазерного интерферометра $\Delta\varphi_B$, рад.

Проводят измерение параметров окружающей среды и проверяют, соблюдаются ли требования, указанные выше.

Результаты измерений параметров рельефной меры, а также приведенных на рис. 4.7, оформляют в виде протокола с указыванием условий поверки до и после окончания измерений. Форма протокола – произвольная.

Обработка результатов измерений

1. Вычисление фазового сдвига $\Delta\Phi_{\Gamma}$ между опорным и информативным лучами горизонтального лазерного интерферометра

$$\Delta\Phi_{\Gamma} = 2\pi N_{\Gamma} + \Delta\varphi_{\Gamma} - \Delta\varphi_{0_{\Gamma}}, \text{ рад,} \quad (4.6)$$

где N_{Γ} – целое число полос и интерференции, соответствующее значению фазового сдвига между опорным и информативным лучами горизонтального лазерного интерферометра;

$\Delta\varphi_{\Gamma}$ – значение дробной части фазового сдвига между опорным и информативным лучами горизонтального лазерного интерферометра, рад;

$\Delta\varphi_{0_{\Gamma}}$ – начальный фазовый сдвиг для горизонтального интерферометра, по рад.

2. Вычисление горизонтального перемещения подвижной части ΔL рабочего стола АСМ при сканировании поверяемого элемента определяют как

$$\Delta L = \frac{\lambda_1}{4\pi n} \Delta\Phi_{\Gamma}, \text{ нм,} \quad (4.7)$$

где λ_1 – длина волны излучения гелий-неонового лазера в вакууме, приведенная в паспорте (формуляре) на горизонтальный лазерный интерферометр, нм;

n – показатель преломления воздуха при фактических значениях температуры окружающей среды, влажности воздуха и атмосферного давления, вычисленный по Приложению А ГОСТ Р 8.629-2007.

3. Вычисление масштабного коэффициента m видеоизображения для оси абсцисс

Оси абсцисс находят по формуле

$$m = \frac{\Delta L}{L}, \text{ нм/пиксел,} \quad (4.8)$$

где L – разность абсцисс конечной и начальной точек горизонтального сканирования, соответствующая горизонтальному перемещению подвижной части рабочего стола АСМ, вычисленная по видеопрофилю (см. рис. 4.7), пиксел.

4. Вычисление фазового сдвига между опорным и информативным лучами вертикального лазерного интерферометра при сканировании поверяемого элемента

Фазовый сдвиг $\Delta\Phi_{\text{в}}$ вычисляют по формуле

$$\Delta\Phi_{\text{в}} = 2\pi N_{\text{в}} + \Delta\varphi_{\text{в}} - \Delta\varphi_{0\text{в}}, \text{ рад}, \quad (4.9)$$

где $N_{\text{в}}$ – целое число полос интерференции, соответствующее фазовому сдвигу между опорным и информативным лучами вертикального лазерного интерферометра;

$\Delta\varphi_{\text{в}}$ – значение дробной части фазового сдвига между опорным и информативным лучами вертикального лазерного интерферометра, рад;

$\Delta\varphi_{0\text{в}}$ – начальный фазовый сдвиг для вертикального лазерного интерферометра, рад.

5. Вычисление вертикального перемещения Z-сканера АСМ при сканировании поверяемого элемента

Вертикальное перемещение Z-сканера АСМ ΔH определяют как

$$\Delta H = \frac{\lambda_2}{4\pi n} \Delta\Phi_{\text{в}}, \text{ нм}, \quad (4.10)$$

где λ_2 – длина волны излучений гелий-неонового лазера в вакууме, приведенная в паспорте (формуляре) на вертикальный лазерный интерферометр, нм.

6. Вычисление масштабного коэффициента k видеоизображения для оси ординат

$$k = \frac{\Delta H}{H}, \text{ нм/пиксел}, \quad (4.11)$$

где H – высота выступа, измеренная по видеопрофилю, пиксел.

7. Вычисление высоты выступа h поверяемого элемента рельефа

$$h = kH, \text{ нм}. \quad (4.12)$$

8. Вычисление вспомогательной величины для определения ширины b_u верхнего основания выступа поверяемого элемента рельефа

Используют вспомогательную величину, для вычисления которой:

- вычисляют производную по горизонтальной координате. Для видеопрофиля, изображенного на рис. 4.7, результат такого вычисления приведен на рис. 4.8;

- проводят анализ результатов вычисления производной видеопрофиля по координате и вычисляют вспомогательную величину B_u , пиксел, которая равна разности соответствующих абсцисс точек, как показано на рис. 4.8.

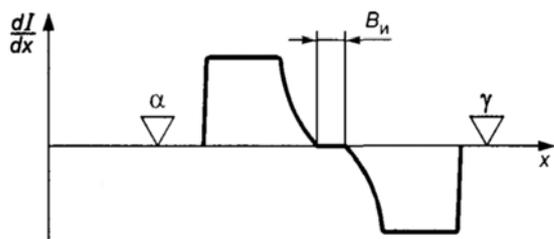


Рис. 4.8. Графическое изображение первой производной видеопрофиля по координате в направлении горизонтального перемещения подвижной части стола

α, γ - начальная и конечная точки положения зонда при сканировании поверяемого элемента; $\frac{dI}{dx}$ - ось ординат по значению производной величины видеосигнала по координате x

9. Вычисление ширины верхнего основания трапецеидального выступа b_u осуществляют по формуле

$$b_u = mB_u, \text{ нм}, \quad (4.13)$$

где m - масштабный коэффициент;

B_u - вспомогательная величина, вычисленная по п. 8, пиксел.

10. Вычисление ширины нижнего основания трапецеидального выступа b_p

$$b_p = b_u + 2,8284 h, \text{ нм}. \quad (4.14)$$

11. Проекция α наклонной стенки на плоскость нижнего основания выступа составит

$$\alpha = 0,771 h, \text{ нм}. \quad (4.15)$$

12. Погрешность измерений

Абсолютные погрешности измерений значений b_u, b_p, h и α поверяемого элемента рельефной меры не превышают 0,1 нм при условии использования средств поверки, обеспечивающих погрешности измерений не хуже указанных в табл. 4.4.

Оформление результатов поверки

Результаты поверки оформляют в виде свидетельств установленной формы по [31], где на оборотной стороне свидетельства о поверке и в паспорте (формуляре) на рельефную меру должны быть указаны значения всех поверенных параметров рельефной меры, приведенных на рис. 4.6.

4.2.3. Калибровка рельефной меры

При калибровке рельефной меры сохраняются все те же требования (по окружающей среде, напряжению, к помещению, безопасности труда и квалификации работников), что и при поверке. Аналогичны поверке и процедуры подготовки образца к калибровке.

Дополнительно ГОСТ 8.644-2008 сформулированы требования к неопределенности измерений параметров, определяемых в процессе калибровки, состоящие в том, что суммарная стандартная неопределенность измерения высоты выступа, ширины верхнего основания выступа и ширины нижнего основания выступа калибруемого элемента рельефа должна быть не более 2 нм, а суммарная стандартная неопределенность измерения проекции наклонной стенки на плоскость нижнего основания выступа должна быть не более 1 нм.

Технические требования к методам калибровки рельефных мер

Калибровку рельефных мер проводят с помощью сканирующего зондового атомно-силового микроскопа и двух лазерных двухлучевых интерферометров с источником излучения – гелий-неоновым лазером, длина волны которого стабилизирована по линии насыщенного поглощения в молекулярном йоде и определена с относительной погрешностью не более $3 \cdot 10^{-7}$. В комплект поставки каждого лазерного интерферометра должны входить два зеркала, предназначенные для формирования опорного и информативного лучей, по фазовому сдвигу $\Delta\Phi$ между которыми определяют перемещение калибруемого элемента рельефа в процессе его сканирования атомно-силовым микроскопом. Абсолютная погрешность определения фазового сдвига $\Delta\Phi$ – не более 0,002 рад.

В качестве вспомогательного оборудования применяют оптический микроскоп с увеличением не менее 400^x , а также средства измерений параметров окружающей среды с абсолютными погрешностями не более:

- температуры окружающей среды $\pm 0,2$ °С;
- относительной влажности воздуха $\pm 3\%$;
- атмосферного давления ± 130 Па.

Допускается применять другие средства калибровки, точность которых соответствует требованиям стандарта.

Подготовка к процедуре калибровки

Подготовку к процедуре калибровки рельефной меры начинают с проверки документации и внешнего осмотра, как и при поверке (см. п.1 в 4.2.1).

В соответствии с инструкциями по эксплуатации АСМ и лазерных интерферометров определяют частоту и скорость сканирования калибруемого элемента, при которой в электронно-фазометрических системах интерферометров можно четко регистрировать количество целых и дробных полос интерференции, соответствующих значениям фазовых сдвигов между опорными и информативными лучами горизонтального и вертикального интерферометра, а также устанавливают показания электронно-фазометрических систем всех лазерных интерферометров в «нулевое» положение, определяемое нестабильностью младшего разряда используемых аналого-цифровых преобразователей в указанных электронно-фазометрических системах.

Процедура проведения измерений

Как и в случае поверки, в соответствии с инструкциями по эксплуатации АСМ и лазерных интерферометров проводят сканирование выступа калибруемого элемента рельефной меры. Одновременно с помощью лазерных интерферометров проводят измерения горизонтального перемещения подвижной части рабочего стола АСМ и вертикального перемещения Z -сканера АСМ.

Сечение выступа трапецеидальной формы и места начального и конечного положений зонда АСМ приведено на рис. 4.6, а видеопрофиль, соответствующий этому выступу, представлен на рис. 4.7.

По показаниям электронно-фазометрической системы горизонтального лазерного интерферометра определяют значение горизонтального фазового сдвига $\Delta\Phi_G$, а по показаниям электронно-фазометрической системы вертикального лазерного интерферометра определяют значение вертикального фазового сдвига $\Delta\Phi_B$ в радианах между информативным и опорным лучами этого интерферометра.

Проводят измерения параметров окружающей среды и показателей качества питающей электрической сети и проверяют выполнение других выделенных требований.

Результаты измерений оформляют в виде протокола. В протоколе приводят также значения условий проведения калибровки до начала и после окончания измерений.

Обработка результатов измерений

1. Вычисление горизонтального перемещения подвижной части рабочего стола АСМ при сканировании калибруемого элемента осуществляют по формуле (4.2).

2. Вычисление масштабного коэффициента видеоизображения для оси абсцисс находят по формуле (4.8).

3. Вычисление вертикального перемещения Z-сканера АСМ при сканировании калибруемого элемента проводят по формуле (4.10).

4. Вычисление высоты выступа калибруемого элемента рельефа
Значение высоты выступа h в нанометрах равно значению вертикального перемещения Z-сканера ΔH , вычисленному по п. 3 (разд. 4.2.2).

5. Вычисление вспомогательной величины для определения ширины верхнего основания выступа калибруемого элемента рельефа используют рис. 4.8 (см. 8 разд. 4.2.2).

6. Вычисление ширины верхнего основания трапецеидального выступа производят по формуле (4.13).

7. Вычисление ширины нижнего основания трапецеидального выступа b_p , нм, вычисляют по формуле

$$b_p = b_u + 1,4142 h, \text{ нм.} \quad (4.16)$$

8. Вычисление проекции наклонной стенки на плоскость нижнего основания выступа вычисляют по формуле

$$\alpha = 0,7071 h. \quad (4.17)$$

Оценка неопределенности измерений параметров

1. При оценке суммарной стандартной неопределенности $u_c(\Delta L)$ горизонтального перемещения подвижной части рабочего стола ΔL пренебрегают неопределенностью в значении показателя преломления воздуха n , вычисленного по Приложению А ГОСТ Р 8.644-2008, и неопределенностью в значении длины волны излучения гелий-неонового лазера в вакууме горизонтального лазерного интерферометра λ_1 . Значение $u_c(\Delta L)$ вычисляют по формуле

$$u_c(\Delta L) = \frac{\lambda_1}{4\pi n} u_c(\Delta\Phi_B) \quad (4.18)$$

где λ_1 – длина волны излучения гелий-неонового лазера в вакууме, приведенная в паспорте (формуляре) на горизонтальный лазерный интерферометр, нм;

$u_c(\Delta\Phi_B)$ – суммарная стандартная неопределенность измерения фазового сдвига, приведенная в паспорте (формуляре) на горизонтальный интерферометр, рад.

Если в паспорте (формуляре) на горизонтальный лазерный интерферометр приведена абсолютная погрешность измерения фазового сдвига, то вычисление $u_c(\Delta\Phi_r)$ осуществляют по [31].

2. При оценке суммарной стандартной неопределенности $u_c(\Delta H)$ вертикального перемещения Z-сканера АСМ ΔH пренебрегают неопределенностью значения показателя преломления воздуха n , вычисленного по Приложению А, и неопределенностью значения длины волны излучений гелий-неонового лазера в вакууме вертикального лазерного интерферометра λ_2 . Значение $u_c(\Delta H)$, нм, вычисляют по формуле

$$u_c(\Delta H) = \frac{\lambda_2}{4\pi n} u_c(\Delta\Phi_B), \quad (4.19)$$

где $u_c(\Delta\Phi_B)$ – суммарная стандартная неопределенность измерения фазового сдвига, приведенная в паспорте (формуляре) на вертикальный лазерный интерферометр, рад.

3. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(m)$, нм/пиксел, измерения масштабного коэффициента видеоизображения для оси абсцисс m вычисляют по формуле

$$u_c(m) = m \sqrt{\left(\frac{u_c(\Delta L)}{\Delta L}\right)^2 - \left(\frac{u(L)}{L}\right)^2} \quad (4.20)$$

где $u(L)$ – стандартная неопределенность разности абсцисс конечной и начальной точек горизонтального сканирования, соответствующая горизонтальному перемещению подвижной части рабочего стола АСМ, пиксел.

Примечание: При равномерном квантовании видеосигнала значение $u(L)$ принимают равным 0,5 пиксела.

4. Значение суммарной стандартной неопределенности $u_c(h)$ в нанометрах при измерении высоты выступа h равно значению суммарной стандартной неопределенности $u_c(\Delta H)$ вертикального перемещения Z-сканера АСМ ΔH , вычисленного по (4.19).

5. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(b_u)$, нм, измерения ширины верхнего основания трапецеидального выступа b_u вычисляют по формуле

$$u_c(b_u) = b_u \sqrt{\left(\frac{u_c(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(B_u)}{B_u}\right)^2} \quad (4.21)$$

где $u(B_u)$ – стандартная неопределенность измерения вспомогательной величины для определения ширины верхнего основания выступа B_u , вычисленной по пункту 5, пиксел;

B_u – вспомогательная величина для определения ширины верхнего основания выступа, вычисленная как разность соответствующих абсцисс точек на рис. 4.8 (см. формулу (4.8)).

Примечание: При равномерном квантовом видеосигнале значения $u(B_u)$ принимают равным 0,5 пиксел.

6. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(b_p)$, нм, измерения ширины нижнего основания трапецеидального выступа b_p вычисляют по формуле

$$u_c(b_p) = \sqrt{u_c^2(b_u) + 2u_c^2(h)}. \quad (4.22)$$

где $u_c(b_u)$ – суммарная стандартная неопределенность измерения ширины верхнего основания выступа, вычисленная по (4.21), нм;

$u_c(h)$ – суммарная стандартная неопределенность измерения высоты выступа, вычисленная по аналогии с (4.19), нм.

7. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(\alpha)$, нм, измерения проекции наклонной стенки на плоскость нижнего основания выступа вычисляют по формуле

$$u_c(\alpha) = 0,7071u_c(h). \quad (4.23)$$

В сертификате калибровки и в паспорте (формуляре) рельефной меры должны быть приведены значения высоты выступа, ширины верхнего и нижнего оснований, а также значения проекции наклонной стенки на плоскость нижнего основания выступа калибруемого элемента. Для перечисленных метрологических характеристик рельефной меры необходимо также указать значения неопределенностей.

4.3. Измерительные растровые электронные микроскопы (РЭМ)

4.3.1. Поверка растровых микроскопов

Сканирующий растровый электронный микроскоп (РЭМ) – наиболее распространенное средство излучения в сфере нанотехнологий. От техни-

ческого состояния и метрологического обеспечения РЭМ зависят достоверность и качество результатов наноизмерений.

При проведении поверки РЭМ, как правило, используется рельефная мера МШПС-2,0К, изготовленная по ГОСТ Р 8.628 и поверенная по ГОСТ Р 8.629.

Поверку РЭМ осуществляют по ГОСТ Р 8.631-2007. Требования к квалификации поверителей, к технике безопасности, условиям поверки и к помещению аналогичны описанным в п. 4.2.2.

Подготовка к поверке РЭМ включает в себя выполнение следующих работ:

- выбирают необходимую для поверки микроскопа рельефную меру нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов (далее – рельефная мера), линейные размеры и материал для изготовления которой соответствует требованиям ГОСТ Р 8.628. Рельефная мера должна быть поверена по ГОСТ Р 8.629. Сечение рельефной меры приведено на рис. 4.9. В качестве исследуемого элемента используется выступ, для которого в паспорте (формуляре) на меру приведено значение проекции боковой грани на плоскость нижнего основания. В зависимости от значения ожидаемого эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d используют рельефную меру, для которой

$$\frac{\alpha}{d} \geq 1,5;$$

- выбранный экземпляр рельефной меры выдерживают в помещении, где будет проведена поверка микроскопа, не менее 24 ч;

- проводят поверку соответствия комплекта поставки рельефной меры данным, приведенным в паспорте (формуляре) на рельефную меру.

Выполняют операции, необходимые для подготовки микроскопа к работе, в соответствии с требованиями инструкции по его эксплуатации.

Опробование

1. Рельефную меру устанавливают на рабочий стол РЭМ, подлежащего поверке.

2. В соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ проводят подготовительные операции, которые включают в себя откачку воздуха из камеры образцов РЭМ, установку ускоряющего напряжения и режимов работы осветительной системы РЭМ, юстировку электронного зонда РЭМ в режиме регистрации МВЭ. Ускоряющее напряжение должно обеспечивать

необходимые условия функционирования низковольтного или высоковольтного РЭМ.

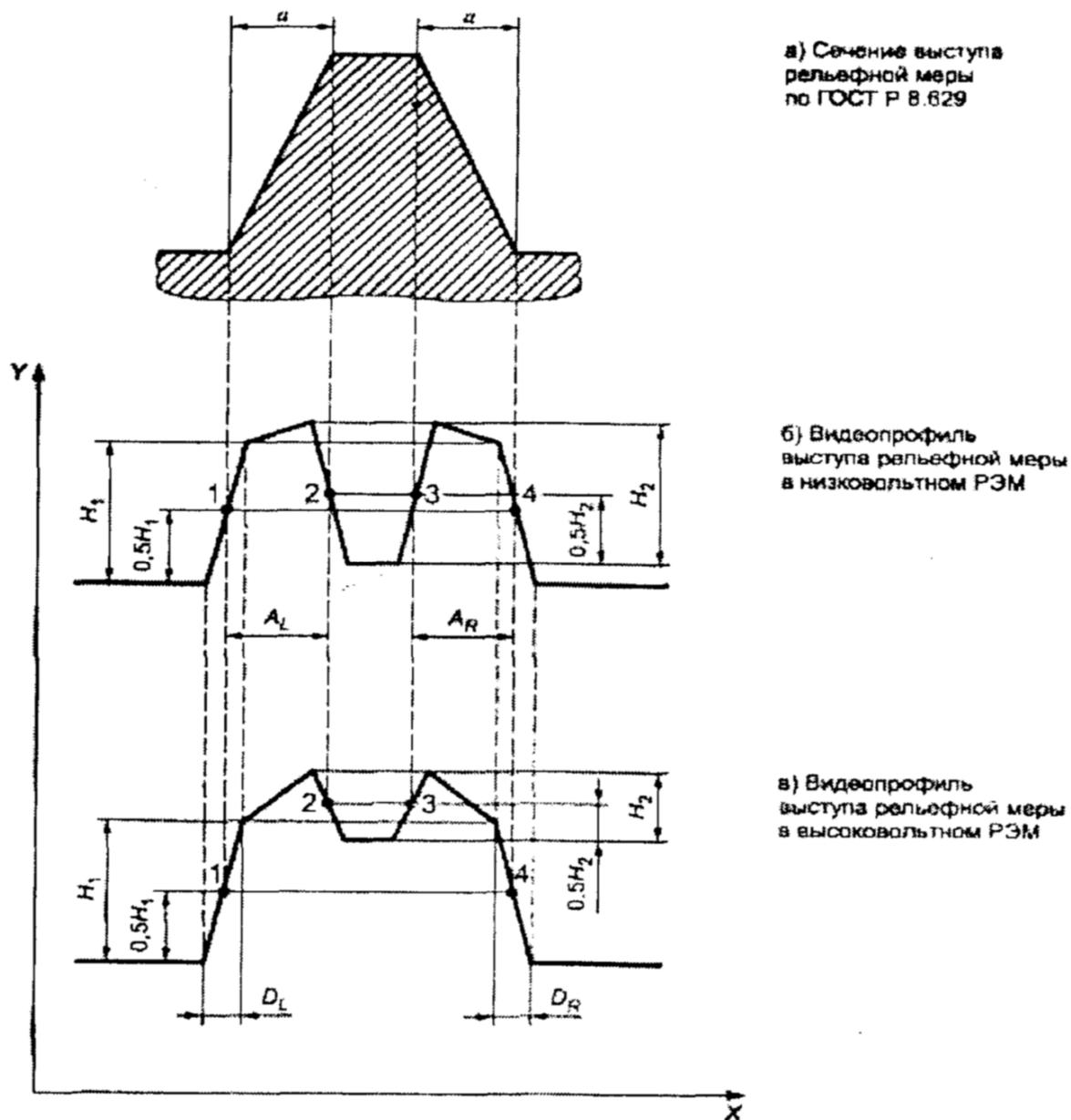


Рис. 4.9. Сечение выступа рельефной меры и его видеопрофили, полученные с помощью РЭМ различных типов

X – ось значений координаты электронного зонда в направлении сканирования в пикселах; Y – ось значений информативного сигнала в пикселах

3. При значениях электронно-оптического увеличения РЭМ от 20 до 100 определяют ту область на рабочем столе РЭМ, где расположена рельефная мера.

4. Постепенно повышают электронно-оптическое увеличение РЭМ и при этом на каждом этапе производят фокусировку электронного зонда в

соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ. Повышение электронно-оптического увеличения РЭМ прекращают при появлении на экране монитора микроскопа видеоизображения выступа, который указан в паспорте (формуляре) рельефной меры в качестве исследуемого элемента для поверки РЭМ. Схема наблюдаемых в режиме регистрации МВЭ видеопрофилей для выступа с трапецеидальным профилем, сечение которого изображено на рис. 4.9, а, приведена на рис. 4.9, б – для низковольтного РЭМ и на рис. 4.9, в – для высоковольтного РЭМ. На рис. 4.9 также приведены обозначения параметров, характеризующих геометрическую форму и размеры выступа.

Примечание: Значение электронно-оптического увеличения РЭМ должно обеспечивать получение изображений, которые позволяют определить значения параметров, приведенных на рис. 4.9, б и 4.9, в.

5. Проверяют установку рельефной меры на рабочем столе РЭМ в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. При этом проверяют:

- параллельность вертикальной оси изображения относительно перпендикуляра к поверхности рельефной меры. Для обеспечения параллельности поворачивают рельефную меру вокруг оси, перпендикулярной к плоскости ее поверхности, или осуществляют электронное вращение растра РЭМ, если такая возможность предусмотрена конструкцией РЭМ;

- параллельность плоскости рельефной меры относительно направления строчной развертки РЭМ, что подтверждается равенством отрезков D_L и D_R на видеопрофилях, приведенных на рис. 4.9, б и 4.9, в.

Примечание: Процедура проверки установки рельефной меры на рабочем столе РЭМ зависит от его конструкции и используемого типа катода для получения электронного зонда. В качестве операций, которые проводят при такой проверке, могут быть настройка соответствующего значения тока зонда, компенсация астигматизма, настройка тока объективной линзы, юстировка объективной диафрагмы и др. Поэтому для каждого конструктивного исполнения РЭМ целесообразно разработать методику проверки установки рельефной меры, определяющую последовательность операций и визуальные критерии оптимальной фокусировки электронного зонда.

6. Если после проверки по п. 5 не получены положительные результаты, рельефную меру перемещают на рабочем столе РЭМ по линии элемента рельефа на расстояние, соответствующее размеру изображения. После этого операции 3 – 5 повторяют.

Примечание: Необходимость перемещения объекта характерна для РЭМ с паромасляной системой откачки, в которых за время выполнения операций по п. 4 может произойти нарастание слоя загрязнений, искажающего размеры элементов рельефной меры. В высоковакуумных РЭМ и РЭМ с безмасляной откачкой этот эффект значительно слабее. Необходимость перемещения устанавливают экспериментально на этапе подготовки к поверке. При оформлении результатов поверки делают запись о выполнении операций по пп. 5 и 6.

Определение метрологических характеристик

В соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ выполняют сканирование исследуемого элемента рельефной меры. Видеофильм выступа рельефной меры представлен на рис. 4.9, б и 4.9, в.

Результаты измерений параметров рельефной меры, приведенных на рис. 4.9, б и 4.9, в, оформляют в виде протокола. Форма протокола – произвольная.

Обработка результатов измерений

1. Вычисление координат контрольных точек на видеофильме информативного сигнала микроскопа

Для поверки РЭМ используют расстояния в направлении сканирования в пикселах между контрольными точками, которое не зависит от эффективного диаметра электронного зонда. Расположение контрольных точек 1 – 4 на видеофильме информативного сигнала приведено на рис. 4.9, б и 4.9, в.

Ординату контрольных точек 1 и 4 вычисляют как полусумму ординат точек изломов сигнала в направлении сканирования $0,5 H_1$, пиксел.

Ординату контрольных точек 2 и 3 вычисляют как полусумму точек изломов сигнала в направлении сканирования $0,5 H_2$, пиксел.

По вычисленным значениям ординат определяют соответствующие им значения абсцисс контрольных точек 1 – 4.

2. Вычисление значений вспомогательных отрезков

Значения вспомогательных отрезков для низковольтных или высоковольтных РЭМ определяют по значениям абсцисс контрольных точек, вычисленных по п. 1;

A_L, A_R – разность значений абсцисс второй и первой контрольных точек и четвертой и третьей контрольных точек соответственно в пикселах;

D_L, D_R – разность значений абсцисс второго и первого изломов и восьмого и седьмого изломов на видеопрофиле соответственно, в пикселах.

3. Вычисление масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ

Масштабный коэффициент видеоизображения m , нм/пиксел, вычисляют по формуле

$$m = \frac{2\alpha}{A_L + A_R},$$

где α - значение проекции наклонной стенки выступа, приведенное в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм.

4. Вычисление эффективного диаметра электронного зонда РЭМ

Эффективный диаметр электронного зонда РЭМ вычисляют по формуле

$$d = \frac{m(D_L + D_R)}{2}, \text{ нм.}$$

Результаты поверки оформляют в виде свидетельства установленной формы, соответствующей записью в паспорте (формуляре) на РЭМ и нанесением оттиска поверительного клейма по установленным формам. На оборотной стороне свидетельства о поверке и в паспорте (формуляре) на РЭМ должны быть указаны значения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ m и эффективного диаметра электронного зонда d .

4.3.2. Стандартная калибровка растровых микроскопов

Калибровку РЭМ осуществляют по ГОСТ Р 8.636-2007. Требования к квалификации работников, к технике безопасности, условиям калибровки и к помещению аналогичны описанным в п. 4.2.2.

Требования к неопределенностям измерений параметров включают такие понятия как:

- суммарная стандартная неопределенность измерения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ m должна быть не более 0,01 нм/пиксел;

- суммарная стандартная неопределенность измерения эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d должна быть не более 1 нм.

Калибровку РЭМ проводят с помощью рельефной меры нанометрового диапазона (далее – рельефная мера), изготовленной по ГОСТ Р 8.628 и поверенной по ГОСТ Р 8.629. Допускается применять другие средства калибровки, точность которых соответствует требованиям настоящего стандарта ГОСТ Р 8.636-2007.

Подготовку к калибровке и опробование осуществляют так же, как и в случае поверки РЭМ с использованием сечения выступа меры и его видеопрофиля (рис. 4.4). Кроме этого, настраивают видеоконтрольное устройство РЭМ таким образом, чтобы число пикселей в направлении сканирования было достаточным для того, чтобы можно было пренебречь значением неопределенности, обусловленным квантованием видеосигнала. Это достигается выбором соответствующих размеров изображения в пикселях и электронно-оптического увеличения микроскопа. Выбор увеличения осуществляют таким образом, чтобы видеопрофиль элемента, изображенного на рис. 4.9, а, имел вид, приведенный на рис. 4.9, б или 4.9, в. При этом значения проекций наклонных стенок выступа A_L, A_R , измеренных по видеопрофилю, должны быть не менее 200 пикселей.

В соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ выполняют сканирование исследуемого элемента рельефной меры, а результаты измерений параметров рельефной меры оформляют в виде протокола калибровки. Форма протокола – произвольная. Протокол с результатами калибровки должен храниться как минимум до следующей калибровки РЭМ.

Вычисление координат контрольных точек на видеопрофиле информативного сигнала микроскопа, значений вспомогательных отрезков A_L, A_R и D_L, D_R , масштабного коэффициента m видеоизображения РЭМ и эффективного диаметра d электронного зонда РЭМ осуществляют по требованиям раздела «Обработка результатов измерений» п. 4.3.1.

Оценка неопределенности измерений параметров

Суммарную стандартную неопределенность $u_c(m)$, нм/пиксел, измерения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ m вычисляют по формуле

$$u_c(m) = \frac{\sqrt{4u^2(\alpha) + m^2(u^2(A_L) + u^2(A_R))}}{A_L + A_R},$$

где $u(\alpha)$ – стандартная неопределенность измерения проекции наклонной стенки выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;

m – масштабный коэффициент видеоизображения РЭМ, нм/пиксел;

$u(A_L), u(A_R)$ – стандартные неопределенности измерений проекций наклонных стенок выступа по видеопрофилю, пиксел;

A_L, A_R – расстояния между контрольными точками.

Примечание: Если в паспорте (формуляре) на рельефную меру приведена абсолютная погрешность измерения проекции наклонной стенки выступа, то вычисление $u(\alpha)$ осуществляют по [7]. При равномерном квантовании видеосигнала значения $u(A_L)$ и $u(A_R)$ принимают равными 0,5 пиксел.

Суммарную стандартную неопределенность $u_c(d)$, нм, измерения эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d вычисляют по формуле

$$u_c(d) = \frac{1}{2} \sqrt{(D_L^2 + D_R^2) u_c^2(m) + 2m^2 (u^2(D_L) + u^2(D_R))},$$

где D_L, D_R – расстояния между контрольными точками;

$u_c(m)$ – суммарная стандартная неопределенность измерения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ, нм/пиксел;

$u(D_L), u(D_R)$ – стандартные неопределенности измерений расстояний между контрольными точками.

Примечание: При равномерном квантовании видеосигнала значения $u(D_L)$ и $u(D_R)$ принимают равными 0,5 пиксел.

Результаты калибровки оформляют в виде сертификата о калибровке установленной формы с соответствующей записью об этом в паспорте (формуляре) на РЭМ и удостоверяют калибровочным знаком, наносимым на РЭМ.

В сертификате о калибровке и в паспорте (формуляре) на РЭМ должны быть приведены значения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ m и эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d . Для перечисленных метрологических характеристик РЭМ необходимо также указать значения вычисленных неопределенностей.

4.3.3. Калибровка РЭМ по двум координатам

Сигналы РЭМ при сканировании рельефной поверхности неадекватно отражают форму объекта (см. рис. 3.4, гл. 3).

Разработанные в последние годы методы измерения линейных размеров на РЭМ [11, 13, 33] устраняют эти недостатки. Для их реализации необходима калибровка микроскопа, т.е. определение увеличения микроскопа и диаметра его электронного зонда. Но в этих источниках калибровка РЭМ осуществлялась только по одной координате. Калибровать микроскоп по двум координатам значительно труднее, так как при этом требуются тест-объекты с двумя аттестованными размерами и/или два эксперимента (с поворотом тест-объекта на 90°). Однако в этом случае точность калибровки существенно снижается, так как ее параметры по обеим координатам никак не связаны между собой из-за того, что применяются разные аттестованные структуры тест-объектов для каждой координаты и при этом калибровку проводят в разное время. Поэтому в [34] рассмотрен метод калибровки РЭМ по двум координатам с использованием одного аттестованного размера тест-объекта.

Согласно стандартам [9, 13] калибровку РЭМ необходимо проводить с помощью монокремниевых тест-объектов с трапецеидальным профилем и большими углами наклона боковых стенок. При сканировании таких структур в РЭМ получаемый сигнал во вторичных медленных электронах будет иметь вид, представленный на рис. 3.4, б. При условии, что размеры всех элементов шаговой структуры (рис. 3.4, а) много больше диаметра d электронного зонда РЭМ, т.е. $s = h \operatorname{tg} \varphi \gg d$, $u_{p,t} \gg d$, $b_{p,t} \gg d$. Связь параметров структуры (см. рис. 3.4, а) и сигнала (см. рис. 3.4, б) определяется выражениями (3.6), (3.7), (3.12) – (3.16), приведенными в разделе 3.2 главы 3, а также соотношениями

$$h = m(L_t - G_t) / 2 \operatorname{tg} \varphi = m(G_p - L_p) / 2 \operatorname{tg} \varphi = mS / \operatorname{tg} \varphi. \quad (4.24)$$

Параметр m назван размером пиксела. Его величина связана с увеличением микроскопа M выражением $m = 1/M$. Однако в [13] величина m названа масштабным коэффициентом видеоизображения.

Используя приведенные выражения из гл. 3, можно калибровать РЭМ по одной координате с помощью аттестованного значения шага t структуры или аттестованного значения s проекции боковой наклонной стенки выступа или канавки. Если известны увеличение и диаметр элек-

тронного зонда, то можно найти все геометрические характеристики (размеры верхних и нижних оснований трапециевидных выступов и канавок) рельефных структур, но только вдоль одной координаты. Если известен угол φ наклона боковых стенок выступов и канавок, то удастся определить (выражения см. (4.24)) и высоту выступа или глубину канавки.

Всеми свойствами, необходимыми для выполнения требований стандартов, обладает тест-объект МШПС-2,0К, с помощью которого можно калибровать РЭМ вдоль одной координаты. Однако этот тест-объект имеет и другие свойства, которые позволяют осуществить калибровку РЭМ по двум координатам с использованием только одного аттестованного размера. Дело в том, что проекции наклонных стенок канавок вдоль разных направлений равны между собой, т.е. $s_x = s_y = s$.

Тогда размеры пиксела РЭМ в разных направлениях будут определяться выражениями

$$m_x = s / S_x; \quad m_y = s / S_y, \quad (4.25)$$

а размеры зонда вдоль разных направлений –

$$d_x = D_x s / S_x, \quad d_y = D_y s / S_y, \quad (4.26)$$

где S_x, S_y – параметры S сигналов (см. рис. 3.4, б), соответствующие проекциям наклонных стенок канавки вдоль осей X и Y , а D_x, D_y – параметры D сигнала вдоль этих осей.

Таким образом, с помощью тест-объекта и МШПС-2,0К (или аналогичного) и выражений (2.25) и (2.26) можно калибровать РЭМ по двум координатам с применением одного аттестованного размера тест-объекта – проекции наклонной стенки выступов или канавок. Необходимо отметить, что такая калибровка возможна и с использованием аттестованного значения шага t . Для этого надо с помощью выражения

$$s = t S_x / T, \quad (4.27)$$

полученного из (3.6) и (3.16) для оси X сканирования, аттестовать на самом РЭМ значение проекции наклонных стенок выступов и канавок, а затем выполнить описанную выше калибровку РЭМ по двум координатам.

Отметим, что для аттестации значения проекции наклонной стенки с использованием (4.27) калибровки РЭМ не требуется, так как в него входят уже аттестованные значения шага t и величин S_x и T , которые определяют на самом сигнале. Единственное требование для РЭМ – линейность сканирования, однако оно не является серьезным препятствием, так как его вы-

полнение необходимо для проведения любых измерений на таких микроскопах.

Авторы [34] для калибровки РЭМ использовали микроскоп CamScan S-4, работающий в режиме сбора вторичных медленных электронов, при энергии электронов зонда $E = 25 \text{ кэВ}$, и тест-объект МШПС-2,0К с проекцией боковой наклонной стенки $s = 470,1 \pm 1,5 \text{ нм}$.

Результаты калибровки приведены в табл. 4.5, из которой следует, что размеры пиксела вдоль разных координат немного различаются:

$$m_x / m_y = 1,043 \pm 0,007. \quad (4.28)$$

Таблица 4.5

Результаты калибровки РЭМ на CamScan S-4 по двум координатам

Параметр	Координата	
	x	y
m , нм/пиксел	$6,10 \pm 0,03$	$5,85 \pm 0,03$
d , нм	58 ± 2	63 ± 2

Это различие выходит за пределы погрешностей. В то же время размеры зонда вдоль осей X и Y очень близки

$$d_x / d_y = 0,92 \pm 0,05. \quad (4.29)$$

Различий в пределах двух погрешностей не наблюдается.

Необходимо отметить, что для определения различий в размерах пиксела и зонда вдоль разных направлений не требуется калибровки РЭМ и знания аттестованного размера тест-объекта (шага или проекции боковых наклонных стенок выступов и канавок), так как параметры (4.28) и (4.29) можно определить с помощью S и D соответствующих сигналов: $m_x / m_y = S_y / S_x$; $d_x / d_y = D_y / D_x$. Единственным требованием для РЭМ является линейность сканирования.

Итак, калибровка РЭМ по двум координатам с одним аттестованным размером тест-объекта возможна с погрешностью менее 1% по каждой координате.

Таким образом, данный метод калибровки РЭМ по двум координатам с использованием одного аттестованного размера тест-объекта позволяет проводить на этом микроскопе измерения линейных размеров рельефных структур по двум координатам. Метод удовлетворяет требованиям

государственных стандартов, обеспечивающих единство измерений в нанотехнологиях.

4.4. Атомно-силовые измерительные зондовые микроскопы (АСМ)

4.4.1. Поверка АСМ

Сканирующие зондовые атомно-силовые микроскопы достаточно широко используются при проведении научных исследований, в современных технологических процессах в микро- и нанoeлектронике, при создании особо точных геодезических устройств, средств измерений в прецизионном приборостроении и др., то есть в тех областях, где существует необходимость измерения линейных размеров в нанометровом диапазоне. Различные производители АСМ по-разному определяют не только номенклатуру метрологических характеристик таких средств измерений, но и их значения. Это в ряде случаев приводит к существенным погрешностям измерений при использовании АСМ. Поэтому регламентация, в том числе и на межгосударственном уровне методики поверки АСМ представляется своевременной и весьма необходимой, что позволит обеспечить взаимное признание результатов поверки таких средств измерений в государствах – участниках Соглашения [35], как это определено в Правилах по межгосударственной стандартизации ПМГ 06-2001 [36]. Это будет способствовать обеспечению воспроизводимости и достоверности измерений и повышению эффективности осуществления государственного метрологического контроля (надзора) за выпуском и применением средств измерений.

При поверке АСМ проводят сканирование выступа рельефной меры, геометрические размеры которого ранее измерены и их значения приведены в паспорте (формуляре) меры с абсолютной погрешностью, не превышающей 0,1 нм. Полученный при сканировании видеопрофиль выступа анализируют, сопоставляя при этом значения геометрических размеров, приведенных в паспорте (формуляре) со значениями, определенными по видеопрофилю. Результаты такого анализа позволяют получить значения масштабного коэффициента видеоизображения, цены деления вертикальной шкалы, эффективного радиуса острия зонда и другие характеристики микроскопа.

При проведении первичной и периодических поверок микроскопа должны быть выполнены операции внешнего осмотра, опробования и оп-

ределения метрологических характеристик, а также использованы вспомогательный оптический микроскоп (увеличение не менее 400^{\times}) и рельефная мера, изготовленная по ГОСТ Р 8.628 и поверенная по ГОСТ Р 8.629. Допускается применять другие средства поверки, точность которых соответствует требованиям настоящего стандарта.

Требования к квалификации поверителей, безопасности, а также условия проведения поверки и подготовка к ней не отличаются от приведенных ранее в пп. 4.2.2 и 4.3.1.

Сечение выступа рельефной меры приведено на рис. 4.6. В качестве исследуемого элемента используют выступ, для которого в паспорте (формуляре) на меру приведены значения проекции боковой грани на плоскость нижнего основания α , ширины основания выступа b_p , высоты выступа h . В зависимости от значения ожидаемого эффективного радиуса зонда микроскопа r используют рельефную меру, для которой

$$\frac{\alpha}{2r} \geq 1,5. \quad (4.30)$$

В соответствии с инструкцией по эксплуатации микроскопа выполняют сканирование исследуемого элемента рельефной меры и записывают видеоизображение.

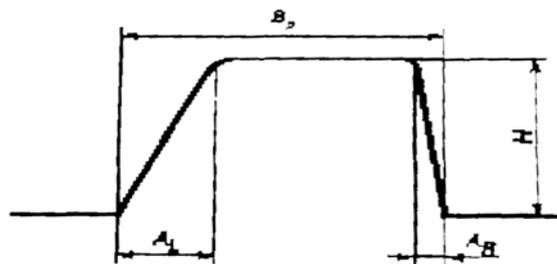


Рис. 4.10. Видеопрофиль

Видеопрофиль, приведенный на рис. 4.10, соответствует элементу рельефа, изображенному на рис. 4.6.

Значения параметров, указанных на рис. 4.10, определяют экспериментально путем обработки полученного видеопрофиля.

При сканировании исследуемого элемента рельефной меры необходимо, чтобы наклон зонда микроскопа (если имеется) был расположен в плоскости, перпендикулярной к направлению перемещения зонда. Наклон зонда должен быть не более 20° . При соблюдении дополнительного условия ортогональности вертикального перемещения зонда, регистрируемая кривая будет симметричной и $A_L = A_R$.

Примечание: Если значения A_L и A_R не равны, то это указывает на неортогональность вертикального перемещения зонда и необходимость определения значения отклонения Z-сканера поверяемого микроскопа по формуле (4.34).

Обработка результатов измерений

1. Вычисление масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа m_x вдоль направления сканирования по формуле

$$m_x = \frac{\alpha}{A_R}, \text{ нм/пиксел}, \quad (4.31)$$

где α – значение проекции наклонной стенки выступа, приведенное в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;

A_R – значение проекции наклонной стенки рельефной меры, измеренное по видеопрофилю, пиксел.

Примечание: При вычислении масштабного коэффициента видеоизображения используют значение проекции наклонной стенки A_R , соответствующее движению сканера от вершины выступа к дну канавки. Это значение при выполнении условия поверки не зависит от угла наклона зонда микроскопа.

2. Эффективный радиус острия зонда микроскопа r определяют как

$$r = 0,966 (m_x B_p - b_p), \text{ нм}, \quad (4.32)$$

где B_p – ширина нижнего основания, измеренная по видеопрофилю, пиксел;

b_p – ширина нижнего основания выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм.

3. Цену деления вертикальной шкалы микроскопа находят как

$$m_z = \frac{h}{H}, \text{ нм/пиксел}, \quad (4.33)$$

где h – высота выступа, приведенная в паспорте на рельефную меру, нм;

H – высота выступа рельефной меры, измеренная по видеопрофилю, пиксел.

4. Вычисление относительного отклонения Z -сканера микроскопа от ортогональности

Если значение A_L не равно A_R в пределах заданной точности измерений, то относительное отклонение Z -сканера микроскопа от ортогональности по отношению к направлению сканирования Z_x (безразмерная величина) вычисляют по формуле

$$Z_x = \frac{m_x (A_L - A_R)}{2H m_z} \quad (4.34)$$

где A_L, A_R – проекции наклонных стенок рельефной меры в направлении слева направо, пиксели.

Результаты поверки оформляют в виде свидетельства установленной формы, соответствующей записью в паспорте (формуляре) на микроскоп и нанесением оттиска поверительного клейма по формам, установленным в ПР 50.2.006-94 и ПР 50.2.007-2001. На оборотной стороне свидетельства о поверке и в паспорте (формуляре) на микроскоп должны быть указаны значения масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа m_x , цены деления вертикальной шкалы микроскопа m_z , значения относительного отклонения Z -сканера микроскопа от ортогональности по отношению к направлению сканирования Z_x , а также значение эффективного радиуса острия зонда r .

4.4.2. Калибровка АСМ

Требования к условиям проведения калибровки АСМ, к квалификации калибровщиков, к обеспечению безопасности, а также подготовка к процедуре калибровки аналогичны тем же параметрам при поверке по разделу 4.4.1.

Для калибровки микроскопа выбирают необходимую рельефную меру, сечение выступа которой приведено на рис. 4.6. В качестве исследуемого элемента используют выступ, для которого в паспорте (формуляре) на меру приведены значения проекции боковой грани выступа на плоскость нижнего основания α , ширины нижнего основания выступа b_p , высоты выступа h . В зависимости от ожидаемого значения эффективного радиуса зонда микроскопа r используют рельефную меру, удовлетворяющую условию (4.30), т.е. $(\alpha/2r) \geq 1,5$.

Требования к неопределенности измерений параметров, определяемых в процессе калибровки, заключаются в том, что:

- суммарная стандартная неопределенность измерения масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа m_x должна быть не более 0,01 нм/пиксел;
- суммарная стандартная неопределенность измерения цены деления вертикальной шкалы микроскопа m_z должна быть не более 0,01 нм/пиксел;

- суммарная стандартная неопределенность измерения эффективного радиуса острия зонда микроскопа r должна быть не более 1 нм;
- суммарная стандартная неопределенность измерения относительного отклонения Z -сканера микроскопа от ортогональности Z_x должна быть не более 0,05.

Калибровку микроскопа проводят с помощью рельефной меры нанометрового диапазона (далее – рельефная мера), изготовленной по ГОСТ Р 8.628 и поверенной по ГОСТ Р 8.629.

В качестве вспомогательного оборудования применяют оптический микроскоп с увеличением не менее 400^x . Допускается применять другие средства калибровки, точность которых соответствует требованиям настоящего стандарта.

Устройство регистрации видеоизображения настраивают таким образом, чтобы число пикселей в направлении сканирования было достаточным для того, чтобы можно было пренебречь значением неопределенности, обусловленным квантованием видеосигнала. Это достигается выбором соответствующих размеров изображения в пикселах и увеличения микроскопа. Выбор увеличения осуществляют таким образом, чтобы видеопрофиль элемента, изображенного на рис. 4.6, имел вид, приведенный на рис. 4.10. При этом:

- ширина нижнего основания видеопрофиля B_p должна быть не менее 0,4 общей длины видеопрофиля;
- проекция наклонной стенки видеопрофиля A_R и высота выступа по видеопрофилю H должны быть не менее 200 пикселей.

Значения параметров, указанных на рис. 4.10, определяют экспериментально путем обработки полученного видеопрофиля.

При сканировании исследуемого элемента рельефной меры необходимо, чтобы наклон зонда микроскопа (если имеется) был расположен в плоскости, перпендикулярной к направлению перемещения зонда. Наклон зонда должен быть не более 20° . При соблюдении дополнительного условия ортогональности вертикального перемещения зонда регистрируемая кривая будет симметричной и значение A_L будет равно A_R .

Примечание: Если значения A_L и A_R не равны, то это указывает на неортогональность вертикального перемещения зонда и необходимость определения значения отклонения Z -сканера калибруемого микроскопа.

Результаты измерений параметров рельефной меры, приведенных на рис. 4.10, оформляют в виде протокола калибровки. Форма протокола – произвольная. Протокол с результатами калибровки должен храниться как минимум до следующей калибровки микроскопа.

Обработка результатов измерений

1. Вычисление масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа производится по формуле (4.31).

2. Вычисление эффективного радиуса острия зонда микроскопа осуществляется по формуле (4.32).

3. Вычисление цены деления вертикальной шкалы микроскопа – по формуле (4.33).

4. Вычисление относительного отклонения z-сканера микроскопа от ортогональности – по формуле (4.34).

Оценка неопределенности измерений параметров

1. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(m_x)$, нм/пиксел, измерения масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа m_x вычисляют по формуле

$$u_c(m_x) = \sqrt{\left(\frac{u(\alpha)}{\alpha}\right)^2 + \left(\frac{u(A_R)}{A_R}\right)^2},$$

где m_x – масштабный коэффициент видеоизображения микроскопа, нм/пиксел;

$u(\alpha)$ – стандартная неопределенность измерения проекции наклонной стенки выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;

α – проекция наклонной стенки выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;

$u(A_R)$ – стандартная неопределенность измерения проекции наклонной стенки выступа рельефной меры A_R , пиксел;

A_R – проекция наклонной стенки выступа рельефной меры, измеренная по видеопрофилю, пиксел.

Примечание: Если в паспорте (формуляре) на рельефную меру приведена абсолютная погрешность измерения проекции наклонной стенки

выступа, то вычисление $u(\alpha)$ осуществляют по [7]. При равномерном квантовании видеосигнала значение $u(A_R)$ принимают равным 0,5 пиксел.

2. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(m_z)$, нм, измерения цены деления вертикальной шкалы микроскопа m_z вычисляют по формуле

$$u_c(m_z) = m_z \sqrt{\left(\frac{u(h)}{h}\right)^2 + \left(\frac{u(H)}{H}\right)^2},$$

где m_z – цена деления вертикальной шкалы микроскопа, вычисленная по 9,3, нм/пиксел;

$u(h)$ – стандартная неопределенность измерения высоты выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;

h – высота выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;

$u(H)$ – стандартная неопределенность измерения высоты выступа рельефной меры по видеопрофилю, пиксел;

H – высота выступа рельефной меры, измеренная по видеопрофилю, пиксел.

Примечание: Если в паспорте (формуляре) на рельефную меру приведена абсолютная погрешность измерения высоты выступа, то вычисление $u(h)$ осуществляют по [7]. При равномерном квантовании видеосигнала значение $u(H)$ принимают равным 0,5 пиксел.

3. Суммарную стандартную неопределенность $u_c(r)$, нм, измерения эффективного радиуса острия зонда микроскопа r вычисляют по формуле

$$u_c(r) = 0,996 \sqrt{u_c^2(m_x) B_p^2 + u^2(B_p) + u^2(b_p)},$$

где $u_c(m_x)$ – суммарная стандартная неопределенность измерения масштабного коэффициента видеоизображения, нм/пиксел;

B_p – ширина нижнего основания, измеренная по видеопрофилю, пиксел;

$u(B_p)$ – стандартная неопределенность измерения ширины нижнего основания B_p по видеопрофилю, пиксел;

$u(b_p)$ – стандартная неопределенность измерения ширины нижнего основания выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм.

Примечание: Если в паспорте (формуляре) на рельефную меру приведена абсолютная погрешность измерения ширины нижнего основания

выступа, то вычисление $u(b_p)$ осуществляют по [7]. При равномерном квантовании видеосигнала значение $u(b_p)$ принимают равным 0,5 пиксел.

4. Суммарную стандартную неопределенность $u(Z_x)$ относительного отклонения Z -сканера микроскопа от ортогональности вычисляют по формуле

$$u(Z_x) = \sqrt{\frac{(A_L - A_R)^2 u_c^2(m_x) + m_x (u^2(A_L) + u^2(A_R))}{4H^2 m_z^2} + Z_x^2 \left[\left(\frac{u(H)}{H} \right)^2 + \left(\frac{u_c(m_z)}{m_z} \right)^2 \right]},$$

где A_L , A_R – проекции наклонных стенок выступа рельефной меры, измеренные по видеопрофилю в направлении слева направо, пиксел;

$u_c(m_x)$ – суммарная стандартная неопределенность измерения масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа, нм/пиксел;

m_x – масштабный коэффициент видеоизображения микроскопа, нм/пиксел;

$u(A_L)$, $u(A_R)$ – стандартные неопределенности измерений проекций наклонных стенок выступа рельефной меры по видеопрофилю, пиксел;

H – высота выступа рельефной меры, измеренная по видеопрофилю, пиксел;

m_z – цена деления вертикальной шкалы микроскопа, нм/пиксел;

Z_x – относительное отклонение Z -сканера микроскопа от ортогональности по отношению к направлению сканирования (безразмерная величина);

$u(H)$ – стандартная неопределенность измерения высоты выступа рельефной меры по видеопрофилю, пиксел;

$u_c(m_z)$ – суммарная стандартная неопределенность измерения цены деления вертикальной шкалы микроскопа, нм/пиксел.

Примечание: При равномерном квантовании видеосигнала значения $u(A_L)$, $u(A_R)$, $u(H)$ принимают равными 0,5 пиксел.

Результаты калибровки оформляют в виде сертификата о калибровке установленной формы [7] с соответствующей записью в паспорте (формуляре) на микроскоп и удостоверяют калибровочным знаком, наносимым на микроскоп.

В сертификате о калибровке и в паспорте (формуляре) на микроскоп должны быть приведены значения масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа m_x , цены деления вертикальной шкалы микроскопа

m_z и относительного отклонения Z -сканера микроскопа от ортогональности по отношению к направлению сканирования Z_x , а также значение эффективного радиуса острия зонда r . Для перечисленных метрологических характеристик микроскопа необходимо также указать значения вычисленных неопределенностей.

4.4.3. Калибровка АСМ по трем координатам

Применение АСМ в нанометрологии связано с рядом трудностей, обусловленных недостатками систем сканирования (нелинейность и неортогональность осей сканирования),

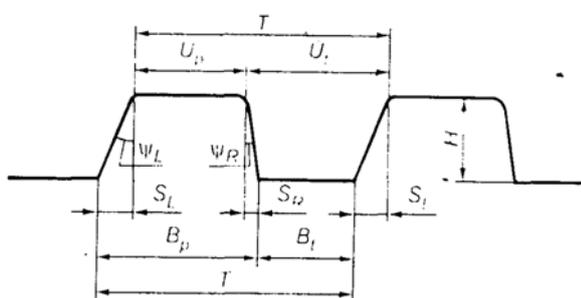


Рис. 4.11. Общая схема сигнала, получаемого в АСМ при сканировании шаговой структуры с большими углами наклона боковых стенок, с измеряемыми параметрами

кантилеров (неизвестность формы и размеров остриев) и сложностями при формировании изображений исследуемых объектов. Все эти трудности по отдельности успешно преодолеваются, однако для этого требуется большое количество различных тест-объектов, каждый из которых решает одну задачу, и значительное время для определения параметров АСМ с помощью этих тест-объектов. Так,

для калибровки системы сканирования требуется, по крайней мере, три тест-объекта для трех осей микроскопа.

В [37] приведен метод калибровки АСМ по трем координатам с использованием одного аттестованного размера тест-объекта.

Согласно стандартам [10, 12] калибровку АСМ необходимо проводить с помощью монокремниевых тест-объектов, имеющих элементы с трапециевидным профилем и большими углами наклона боковых стенок. При сканировании таких структур (рис. 3.4, а) в АСМ кантилером с вертикальным острием и в случае малости радиуса r острия кантилера относительно размеров всех элементов шаговой структуры $s = h \operatorname{tg} \varphi \gg 2r$, $u_{p,i} \gg 2r$, $b_{p,i} \gg 2r$. Форма получаемого сигнала представлена на рис. 4.11.

Несимметричный сигнал

$$S_L \neq S_R \quad (4.35)$$

имеет место при неортогональности Z -сканера и наклонном положении острия кантилевера. Отличить неортогональность от наклона острия кантилевера можно, используя значение суммы проекций наклонных стенок сигнала. При

$$S_L + S_R > 2s / m_x$$

неравенство (4.35) указывает на наклонное положение острия кантилевера, а при

$$S_L + S_R = 2s / m_x -$$

на неортогональность Z -сканера. Здесь m_x – цена деления шкалы АСМ по оси X . В случае неортогональности Z -сканера ее составляющую относительно оси X можно определить по формуле

$$Z_x = m_x (S_L - S_R) / m_z 2H,$$

где m_z – цена деления шкалы АСМ по оси Z .

При отсутствии неортогональности связь параметров структуры (см. рис. 3.4, а) и сигнала (см. рис. 4.11) осуществляется с помощью выражений

$$t = m_x T; \quad (4.36)$$

$$h = m_z H; \quad (4.37)$$

$$s = m_x S_L = m_x S_R = m_x S; \quad (4.38)$$

$$u_p = m_x U_p - rQ(\psi); \quad (4.39)$$

$$b_p = m_x B_p - rQ(\psi); \quad (4.40)$$

$$u_t = m_x U_t + rQ(\psi); \quad (4.41)$$

$$b_t = m_x B_t + rQ(\psi), \quad (4.42)$$

где $\psi = \psi_L = \psi_R$; $\operatorname{tg} \psi = (m_x / m_z) \operatorname{tg} \varphi$; $Q(\psi) = 2((1 - \sin \psi) / \cos \psi)$.

При этом для нормированного сигнала ($m_x = m_z$) получим $\psi = \varphi$.

Калибровка атомно-силового микроскопа – определение цены деления m_x его шкалы вдоль оси X сканирования с помощью шаговой структуры с большими углами наклона боковых стенок может быть осуществлена с помощью (4.36) при известном шаге структуры t , а определение цены деления m_z его шкалы вдоль оси Z сканирования – с помощью (4.37) при известной высоте (глубине) структуры h . Таким образом, для калибровки АСМ по двум координатам X и Z надо иметь тест-объекты с двумя аттестованными размерами t и h .

Необходимо отметить, что неортогональность Z -сканера на калибровку АСМ (выражения (4.36) и (4.37)) не влияет.

Знание размеров верхних и нижних оснований выступов и канавок структуры позволяет по выражениям (4.39)-(4.42) определить эффективный радиус острия кантилевера

$$r = \frac{m_x U_p - u_p}{Q(\varphi)} = \frac{m_x B_p - b_p}{Q(\varphi)} = \frac{u_t - m_x U_t}{Q(\varphi)} = \frac{b_t - m_x B_t}{Q(\varphi)}.$$

Всеми свойствами, необходимыми для выполнения стандартов [8, 9], обладает тест-объект МШПС-2,0К, с помощью которого можно калибровать АСМ вдоль двух координат. Однако этот тест-объект обладает одним интересным свойством. С его помощью можно осуществлять калибровку всех трех осей АСМ с использованием только одного аттестованного размера тест-объекта. Для этого необходимо воспользоваться концевыми участками шаговых структур.

Проекции наклонных стенок канавок (рис. 4.11) вдоль разных направлений (s_x и s_y) и их глубина h связаны друг с другом соотношением

$$s_x = s_y = s = h/\sqrt{2}.$$

Тогда цена деления шкал АСМ будет определяться выражениями

$$m_x = s/S_x; \quad m_y = s/S_y; \quad m_z = s\sqrt{2}/H, \quad (4.43)$$

где S_x, S_y – проекции наклонных стенок сигнала от канавки вдоль осей X и Y .

Таким образом, с помощью тест-объекта МШПС-2,0К (или аналогичного) и выражений (4.43) можно калибровать АСМ по трем координатам с использованием одного аттестованного размера тест-объекта – проекции наклонной стенки выступов или канавок.

Необходимо отметить, что калибровка АСМ по трем координатам возможна и с использованием аттестованного значения шага t . Для этого надо с помощью выражения

$$s = tS_x/T, \quad (4.44)$$

полученного из (4.36) и (4.38) для оси X сканирования, аттестовать на самом АСМ значение проекции наклонных стенок выступов и канавок, а затем выполнить его калибровку по двум координатам, описанную выше.

Отметим, что для аттестации значения проекции наклонной стенки с использованием (4.44) калибровка АСМ не требуется, так как в (4.44) входит уже аттестованное значение шага t и величины S_x и T , которые определяются на самом сигнале. Единственным требованием для АСМ является линейность сканирования. Хотя это требование – серьезное препятствие для калибровки АСМ, так как в настоящее время отсутствуют методы измерения линейности сканирования, однако оно необходимо для проведения любых измерений на атомно-силовых микроскопах.

Калибровка АСМ по трем координатам с помощью такого метода осуществлялась на АСМ Smena B, у которого была скорректирована неортогональность Z-сканера. Измерения неортогональности дали $Z_x = 0,002 \pm 0,004$, $Z_y = 0,003 \pm 0,004$.

Для калибровки использовали шаговую структуру тест-объекта МШПС-2,0К, аттестованное значение проекции наклонной стенки которой составило $s = 470,1 \pm 1,5$ нм.

В результате калибровки получено $m_x = 8,22 \pm 0,02$ нм/пиксел, $m_y = 7,76 \pm 0,02$ нм/пиксел, $m_z = 2,23 \pm 0,02$ нм/пиксел.

Отсюда следует, что размеры цены деления X и Y осей координат немного различаются:

$$m_x / m_y = 1,059 \pm 0,004. \quad (4.45)$$

Это различие выходит за пределы погрешностей. В то же время цена деления оси координат Z сильно отличается, так как сканер по оси Z отличается от сканеров по осям X и Y.

Необходимо отметить, что для определения различий в цене деления вдоль разных осей сканирования не требуется калибровка АСМ и знания аттестованного размера тест-объекта (шага или проекции боковых наклонных стенок выступов и канавок) в силу того, что параметр (4.45) можно определить с помощью параметров S соответствующих сигналов: $m_x / m_y = S_y / S_x$. Единственным требованием является линейность сканирования.

Таким образом, приведенный метод позволяет проводить на атомно-силовом микроскопе измерения линейных размеров рельефных структур по трем координатам с использованием одного аттестованного размера тест-объекта с погрешностью менее 1% по каждой координате. Метод удовлетворяет требованиям государственных стандартов, обеспечивающих единство измерений в нанотехнологиях.

Трехкоординатные методы поверки и калибровки разрабатываются многими организациями, что требует и соответствующих эталонных мер.

На рис. 4.12 представлены тест-объекты для трехмерной пространственной поверки и калибровки сканирующих зондовых микроскопов. На рис. 4.12, а – конструкция РТВ (Германия), а на рис. 4.12, б – конструкция ВНИИОФИ (Россия). На рис. 4.12, в приведена линейная мера – эталон сравнения для поверки и калибровки атомно-силовых и растровых электронных микроскопов. Эта трехмерная шаговая линейная мера обеспечи-

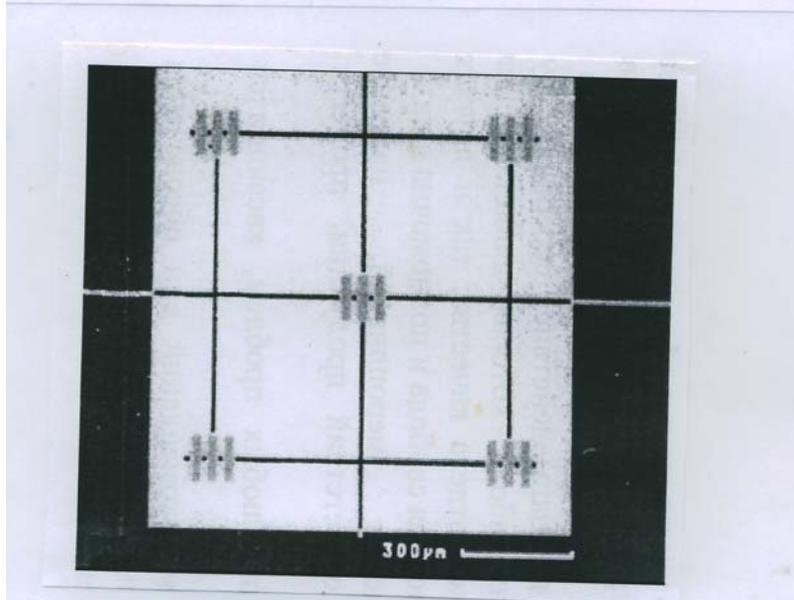
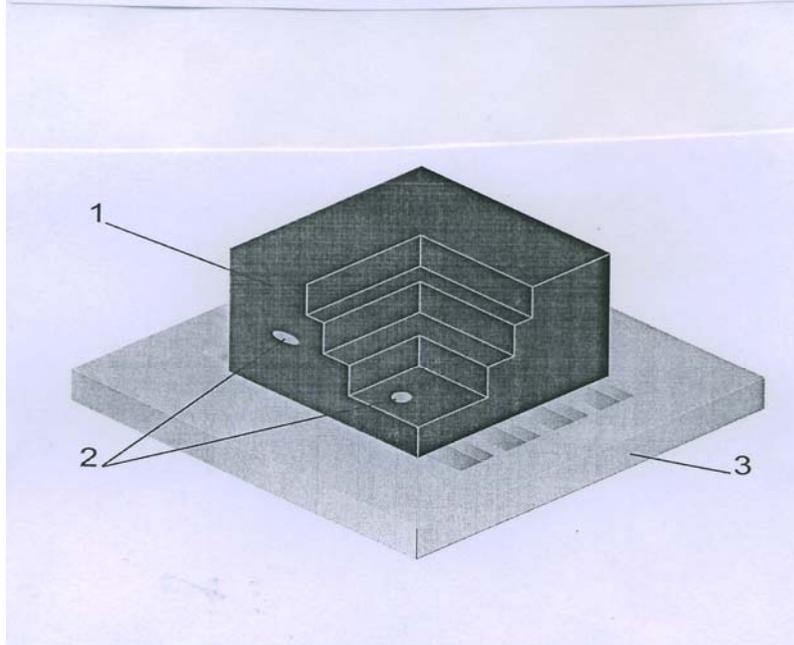
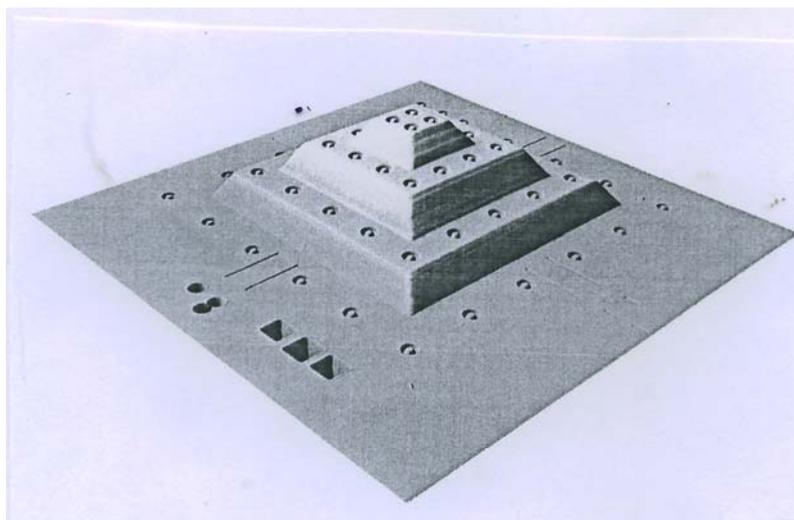


Рис. 4.12. Трехмерные тест-объекты:

а) РТВ (Германия);

б) ВНИИФИ (Россия):

1 – слои с различными оптическими свойствами;

2 – квантовые точки;

3 – подложка;

в) НИЦПВ (Россия)

вает калибровку и поверку измерительных систем по трем координатам в диапазоне линейных размеров от 1 нм до 100 мкм и более.

Калибровка РЭМ предусматривает такие параметры как: увеличение, диаметр электронного зонда, линейность сканирования в (X, Y) -плоскости.

При калибровке АСМ определяют: цену деления по X -, Y -, Z -координатам, радиус острия кантилевера, ортогональность и линейность сканирования по всем осям.

Глава 5. ОРГАНИЗАЦИОННАЯ ОСНОВА НАНОМЕТРОЛОГИИ

5.1. Основные положения

Метрологическое обеспечение nanoиндустрии регламентируется единством измерений, которое гарантируется Конституцией страны, законом «Об обеспечении единства измерений», Постановлениями Правительства и нормативными документами (ГОСТы, Правила, Рекомендации и др.).

Также как и в любой сфере деятельности, метрологическое обеспечение nanoиндустрии базируется на «трех китах»:

- научной основе, объединяющей принципы фундаментальной и прикладной метрологии с требованиями физики в нанодиапазоне;
- технической основе – технических средствах измерений, работающих в нанометровом диапазоне;
- организационной основе в виде государственных стандартов, отраслевых нормативов и стандартов предприятий, направленных на обеспечение единства nanoизмерений.

Здесь организационная основа занимает одно из ведущих мест не случайно, поскольку именно грамотная организация той или иной деятельности сегодня позволяет надеяться на успехи ввиду дороговизны как технического обеспечения, так и проведения самих исследований.

Организационной основой метрологического обеспечения нанотехнологии и nanoиндустрии является Государственная метрологическая служба, осуществляющая государственный метрологический контроль и надзор в наиболее значимых для государства и общества сферах.

В России функции государственной метрологической службы возложены на Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Ростехрегулирование) и подведомственные ему организации. В их обязанности входит обеспечение единства измерений, включая государственные испытания, с целью утверждения типа вновь произведенных или импортируемых средств измерений, надзор за состоянием и применением находящихся в эксплуатации средств измерений, обеспечение прослеживаемости передачи размера единиц физических величин в нанодиапазон всем применяемым средствам измерений, метрологическая экспертиза стандартов и иных нормативных документов, организация службы стан-

дартных справочных данных, участие в работе международных метрологических организаций.

Нормативной основой нанометрологии и наноиндустрии являются государственная система стандартизации (ГСС) и Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ), организующие разработку государственных стандартов, устанавливающих требования к средствам измерений, правила и положения метрологического обеспечения, характеристики государственных эталонов и государственных поверочных схем, методы и средства поверки, методики выполнения измерений и нормы точности измерений, проведение международных сличений эталонов, государственный надзор за состоянием и применением метрологических правил и норм, средств измерений.

На рис. 5.1 приведена структура управления ГСИ. Она насчитывает 123 государственных эталона, 339 вторичных и 62025 рабочих эталонов, которые обеспечивают единство измерений более миллиарда рабочих средств измерений.

Законом № 139-ФЗ от 19.07.2007 года учреждена Государственная корпорация «Российская корпорация нанотехнологий» (РОСНАНОТЕХ). Она организована для «реализации государственной политики в сфере нанотехнологий, развития инновационной инфраструктуры в сфере нанотехнологий, реализации проектов создания перспективных нанотехнологий и наноиндустрии». Корпорация решает эту задачу, выступая соинвестором в нанотехнологических проектах со значительным экономическим или социальным потенциалом. Финансовое участие корпорации на ранних стадиях проектов снижает риски ее партнеров – частных инвесторов. Корпорация участвует в создании объектов нанотехнологической инфраструктуры, таких как центры коллективного пользования, бизнес-инкубаторы и фонды раннего инвестирования. РОСНАНОТЕХ выбирает приоритетные направления инвестирования на основе долгосрочных прогнозов развития (форсайт), к разработке которых привлекаются ведущие российские и мировые эксперты.

В задачи РОСНАНОТЕХ входят также образовательные проекты, сертификация, стандартизация и метрологическое обеспечение наноиндустрии. В 2007 году на деятельность корпорации Правительством Российской Федерации выделено 130 млрд. рублей. Органами управления являются наблюдательный совет, правление и генеральный директор РОСНАНОТЕХ.

Как показано выше, в настоящее время в РФ существует государственная научно-техническая политика в сфере нанотехнологий в виде Федеральной целевой программы (ФЦП) «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в Российской Федерации на 2008 – 2010 годы».

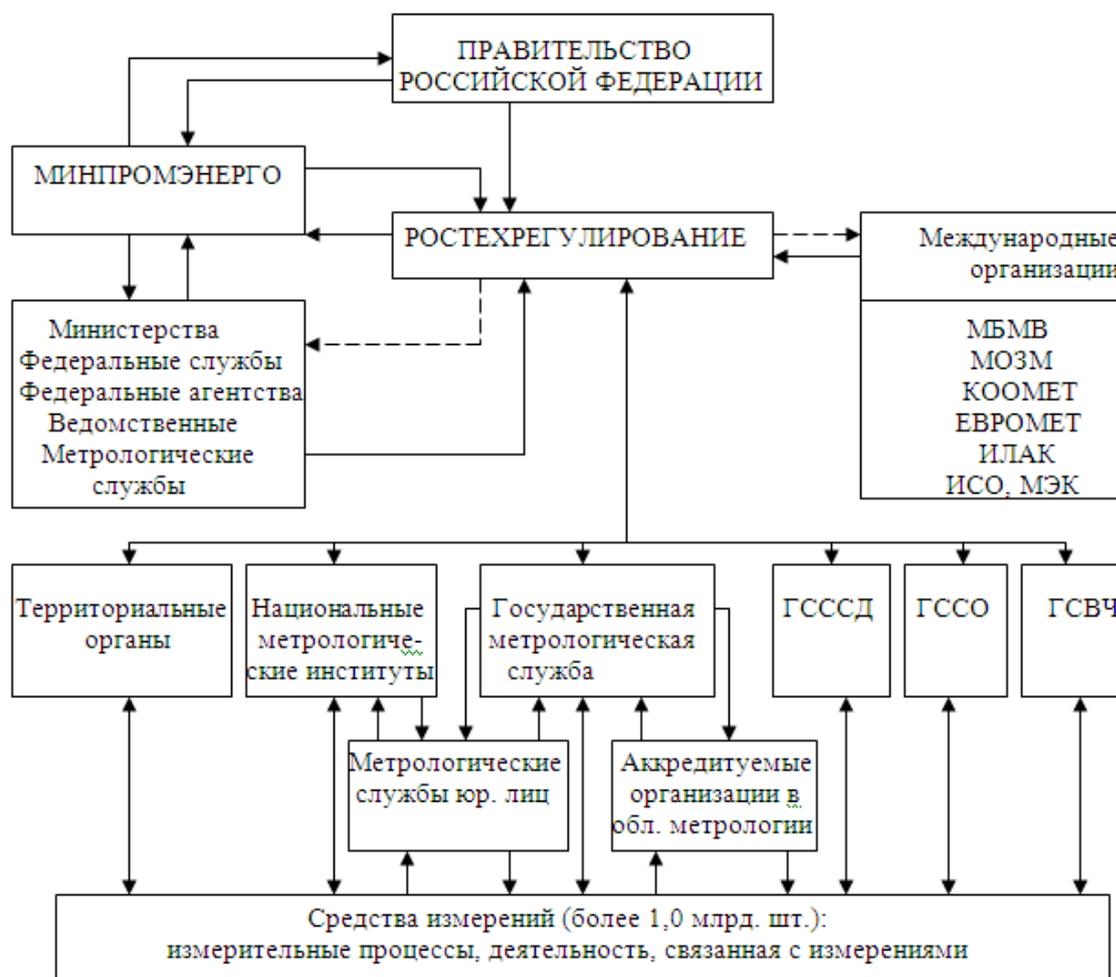


Рис. 5.1. Структура управления государственной системой измерения

Примечание: ГСССД – Государственная служба стандартных справочных данных; ГССО – Государственная служба стандартных образцов состава и свойств вещества и материалов; ГСВЧ – Государственная служба времени, частоты и определения параметров вращения Земли.

Направление № 3 ФЦП «Развитие методической составляющей инфраструктуры nanoиндустрии» предусматривает комплекс мер по метрологическому обеспечению и оценке соответствия нанотехнологий и продукции nanoиндустрии. Это и подтверждение метрологических характеристик эталонных средств измерений, и сличение их с международными,

вплоть до взаимного признания результатов калибровок, и разработка методик и средств измерений.

Согласно той же ФЦП создан Федеральный Центр метрологического обеспечения (ЦМО) и оценки соответствия нанотехнологий и продукции nanoиндустрии. Его отделения в федеральных округах будут действовать на базе наиболее продвинутых центров стандартизации и метрологии, а в дальнейшем и на базе высокооснащенных аккредитованных лабораторий выбранных организаций. Предполагается оснастить отделения Центра уникальным метрологическим оборудованием для проведения поверки и калибровки. Учитывая его высокую стоимость, работать эта структура должна по принципу центров коллективного пользования.

Таким образом, **цель создания и функционирования** Центра – координация деятельности в области обеспечения единства измерений в nanoиндустрии и оказание услуг научным организациям, вузам в области метрологии, стандартизации, подтверждения соответствия (сертификации) и аккредитации, эффективному использованию имеющихся в Центре высокоточных и эталонных средств измерений, аналитического, измерительного, диагностического и испытательного оборудования при проведении исследований.

На начало 2009 года в России организовано 290 нанопредприятий. Из них 161 расположено в Центральном федеральном округе (ЦФО), 113 из которых находятся в Москве, а 26 – в Московской области. Таким образом, ЦФО составляет ядро nanoиндустрии в Российской Федерации.

Метрология и стандартизация определяют в сфере nanoиндустрии единую терминологию, регламентируют методики проведения измерений и испытаний, устанавливают критерии соответствия, качества и безопасности nanoобъектов, наноматериалов и иной нанотехнологической продукции.

Примерные направления работ: физические основы нанометрологии; методы и инструменты измерений свойств и характеристик nanoобъектов и наноматериалов; экспресс-методы регистрации электрических, оптических, магнитных, акустических и других полей наноразмерных объектов; измерительные комплексы для контроля электрофизических, оптических и цветовых характеристик полупроводниковых светоизлучающих структур и приборов; сверхвысоковакуумные комплексы, зондовые нанолаборатории, сканирующие зондовые микроскопы для исследования наноматериалов и nanoинженерии; методики оценки безопасности производства и использования нанотехнологической продукции, включая электронную технику,

строительные материалы, пищевые продукты, биологически активные пищевые добавки, парфюмерно-косметическую продукцию, медицинские препараты; разработка и совершенствование системы эталонных мер, тест-объектов и стандартных образцов состава, структуры и свойств нанообъектов и наносистем, а также унифицированных методик испытаний, поверки и калибровки средств измерений; создание нормативно-методической базы, регулирующей вопросы обеспечения безопасности производства и применения нанотехнологической продукции, гармонизация этой базы с требованиями международных стандартов; разработка системы оценки и подтверждения соответствия нанообъектов и наноматериалов международным стандартам; создание комплексов неразрушающей диагностики и контроля качества нанотехнологических изделий; проведение токсикологических исследований, охватывающих стадии получения, использования и утилизации наноматериалов и иной нанотехнологической продукции; разработка стандартов безопасности производства наноматериалов и иной нанотехнологической продукции для окружающей среды (ПДК для воды водоемов, атмосферного воздуха); создание и организация ведения регистра наночастиц и наноматериалов в рамках «Федерального регистра потенциально опасных химических и биологических веществ».

В соответствии с решением Координационного совета ФЦП головные функции по организации ЦМО возложены на Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГУП «ВНИИОФИ»). Задачи ЦМО включают:

- разработку метрологического обеспечения нанотехнологий и продуктов наноиндустрии;
- разработку методик выполнения измерений, проверок, калибровок и испытаний средств измерений, используемых в наноиндустрии;
- разработку методических материалов по оценке и подтверждению соответствия продукции и технологий наноиндустрии;
- гармонизацию отечественной нормативно-методической базы с требованиями международных стандартов в области обеспечения безопасности создания и применения объектов наноиндустрии.

Структура ЦМО приведена на рис. 5.2.

Структура отделений Центра приведена на рис. 5.3 и 5.4.

К настоящему времени в России сложилась сеть головных организаций в сфере наноиндустрии, приведенных в табл. 5.1.

Изложенное позволяет сформулировать основные задачи метрологического обеспечения, стандартизации и сертификации в области нанотехнологий в Российской Федерации:

Таблица 5.1

Головные организации национальной нанотехнологической сети

Наноэлектроника	ФГУП «Научно-исследовательский институт физических проблем им. Ф.В. Лукина» (Роспром)
Наноинженерия	ГОУ высшего профессионального образования «Московский государственный институт электронной техники (технический университет)» (Рособр)
Функциональные наноматериалы для энергетики	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А.А. Бочвара» (Росатом)
Функциональные наноматериалы для космической техники	ФГУП «Исследовательский центр им. М.В. Келдыша» (Роскосмос)
Нанобиотехнологии	ФГУ РНЦ «Курчатовский институт» (Роснаука)
Конструкционные наноматериалы	ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов “Прометей”» (Роснаука)
Композитные наноматериалы	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (Роспром)
Нанотехнологии для систем безопасности	ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт химии и механики» (ФСТЭК России)
Метрологическое обеспечение, стандартизация и сертификация наноиндустрии	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ВНИИ-ОФИ, Ростехрегулирование)

- определение для каждого института специализации и области своей деятельности в наноиндустрии;
- разработка структуры и состава эталонной базы в рамках своей специализации для метрологического обеспечения работ в наноиндустрии;
- разворачивание работ по разработке и созданию эталонных средств в области наноиндустрии;
- разработка на период 2007 – 2012 гг. укрупненного плана по разработке нормативных документов, необходимых для функционирования системы обеспечения единства измерений, стандартизации, сертификации (подтверждения соответствия) и аккредитации в наноиндустрии;

- активное взаимодействие с научными организациями и вузами, проводящими исследования в области наноиндустрии.



Рис. 5.2. Структура Центра метрологии, стандартизации и сертификации в наноиндустрии

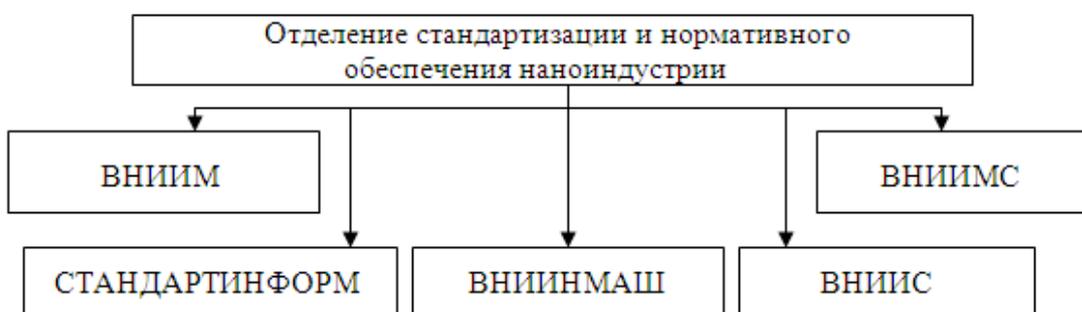


Рис. 5.3. Структура Отделения стандартизации и нормативного обеспечения наноиндустрии

Приведенные задачи отрасли в целом определяют и задачи Головного центра в области метрологического обеспечения (рис. 5.5).

Для решения задач должны быть выполнены основные функции Центра метрологии, стандартизации и сертификации:

- оснащение заинтересованных организаций эталонными и высокоточными средствами измерений;
- проведение высокоточных измерений и решение измерительных задач в интересах организаций;



Рис. 5.4. Структура отделения сертификации продукции наноиндустрии

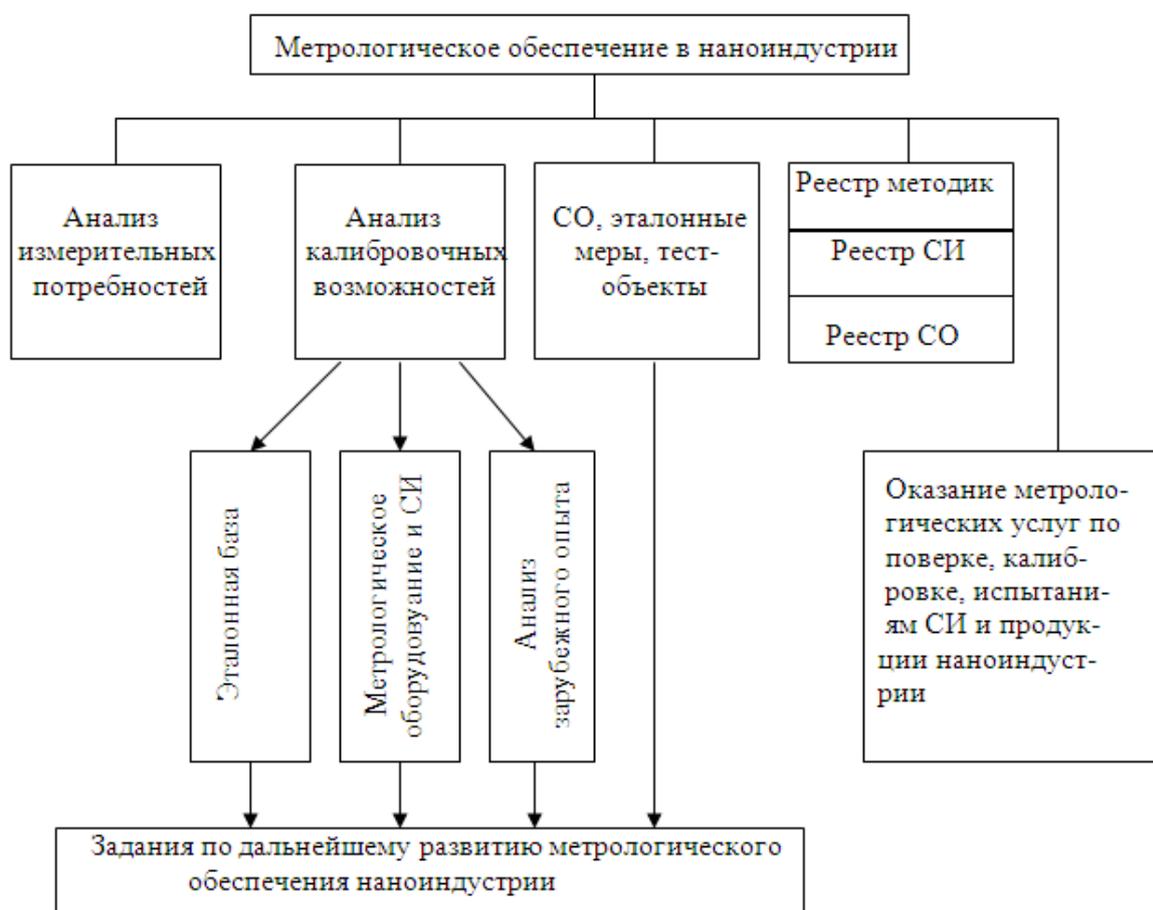


Рис. 5.5. Основные задачи Головного центра в области метрологического обеспечения

- разработка рекомендаций по выбору средств измерений для заинтересованных организаций;
- сертификация, испытания, поверка и калибровка средств измерений для заинтересованных организаций;
- разработка и аттестация методик выполнения измерений;
- метрологическая экспертиза технических решений и нормативных документов;
- методическая и организационно-техническая помощь по созданию и функционированию метрологических служб;
- аккредитация метрологических служб на право поверки, калибровки средств измерений и методик выполнения измерений;
- подготовка специалистов-метрологов для отраслей nanoиндустрии.

5.2. Стандартизация и сертификация в nanoиндустрии

Метрологическое обеспечение nanoиндустрии теснейшим образом взаимосвязано с ее стандартизацией и сертификацией. Это же следует из рассмотренных выше основных задач и функций Центра метрологии, стандартизации и сертификации.

Стандартизация позволяет формализовать требования к технологическим процессам и продукции, а метрология обеспечивает объективный контроль производственных процессов и оценку соответствия произведенной продукции.

По мнению директора ФГУ «Тест-Санкт-Петербург» В.В. Окрепилова [4] до настоящего времени значение метрологии и стандартизации в сфере нанотехнологий освещалось недостаточно. Поэтому нормативное и метрологическое обеспечение этой отрасли отстает. А ведь именно стандартизация является общепризнанным инструментом упорядочения любой деятельности. Поэтому в последние несколько лет заметно активизировались работы по стандартизации в области нанотехнологий как на национальных, так и на международных уровнях.

Первоочередными направлениями в стандартизации нанотехнологий в настоящее время признаются: терминология, методы измерений и испытаний, качество и безопасность, совместимость и взаимодействие.

Россия также начала работы по стандартизации в области нанотехнологий, однако интенсивность этой деятельности пока отстает от зарубежных стран с активно развивающимися нанотехнологиями. На сегодня в России принято только 7 стандартов [8 – 13], связанных с методами проверки и калибровки средств измерений, используемых в nanoиндустрии.

В области стандартизации программа ФИП предусматривает гармонизацию национальных стандартов с требованиями международных стандартов в сфере нанотехнологий и обеспечения безопасности создания и применения объектов nanoиндустрии.

Работу по реализации этой программы необходимо осуществлять при тесном взаимодействии с международными организациями, осуществляющими деятельность в области стандартизации и обеспечения единства измерений, – Международной организацией по стандартизации, Международной электротехнической комиссией, Международной организацией законодательной метрологии, Международным бюро мер и весов.

Программой предусмотрено финансирование работ по метрологическому обеспечению и стандартизации нанотехнологий на 2008 – 2010 годы в объеме 1,5 млрд. рублей. Этого финансирования недостаточно для преодоления отставания России в области метрологического обеспечения и стандартизации нанотехнологий и обеспечения их опережающего развития. Необходим объем не менее 3-4 млрд. рублей.

К основным проблемам в области стандартизации, которые необходимо решать для развития сферы нанотехнологий, относятся:

- отсутствие единой терминологии и системной классификации нанопродукции и наноматериалов;
- низкая интенсивность разработки национальных стандартов, ограниченность объема и низкие темпы пополнения фонда стандартов и нормативных документов в области нанотехнологий;
- недостаточный объем научных исследований и нехватка профессиональных кадров для проведения работ по стандартизации нанотехнологий, недостаточное финансирование;
- низкая активность разработчиков стандартов и технических комитетов по стандартизации в части создания и применения нанотехнологий.

Не менее важно наличие системы сертификации в сфере nanoиндустрии. Система сертификации «НАНОСЕРТИФИКА» создана Государственной корпорацией «Российская корпорация нанотехнологий» и зареги-

стрирована Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии в едином реестре систем добровольной сертификации 28 мая 2008 года. Задачи Системы сертификации «НАНОСЕРТИФИКА»: оценка и подтверждение качества продукции наноиндустрии, производимой и распространяемой в Российской Федерации (в том числе в рамках проектов, поддерживаемых РОСНАНОТЕХ); предупреждение действий, вводящих в заблуждение пользователей нанопродукции; недопущение на рынок продукции наноиндустрии, которая может причинить вред пользователям или содержит потенциальную угрозу здоровью пользователя и окружающей среде; развитие рынка качественной нанопродукции в России; содействие производству и экспорту отечественной конкурентоспособной продукции наноиндустрии. Система сертификации «НАНОСЕРТИФИКА» была создана корпорацией, в первую очередь, для обеспечения возможности сертификации продукции, создаваемой в рамках инвестиционных проектов РОСНАНОТЕХ. Динамичное развитие рынка наноиндустрии России требует, чтобы Система сертификации «НАНОСЕРТИФИКА» была готова оценивать и подтверждать соответствие любой другой продукции наноиндустрии, реализуемой в Российской Федерации, с целью защиты потребителей от недобросовестных производителей как российских, так и зарубежных, обеспечения качества создаваемых наноматериалов, нанотехнологий и продукции с использованием наноматериалов.

23 октября 2008 года Система сертификации продукции наноиндустрии «НАНОСЕРТИФИКА» объявила о начале своей работы.

В соответствии с заявленными целями в качестве основного объекта деятельности «НАНОСЕРТИФИКА» рассматривает отечественную и зарубежную продукцию наноиндустрии и ее соответствие требованиям технических регламентов, стандартов, сводов правил или иных документов, что может быть подтверждено при сертификации. Наряду с этим, объектами сертификации являются технологии наноиндустрии, системы менеджмента качества предприятий, системы экологического менеджмента, а также системы охраны труда и предупреждения профессиональных заболеваний. Система «НАНОСЕРТИФИКА» самостоятельна и открыта для участия в ней предприятий и организаций, не зависимо от их формы собственности и принадлежности.

Корпорация, в рамках Системы сертификации обеспечивает:

- подтверждение соответствия продукции и технологий наноиндустрии;
- поддержку принятия решений при экспертизе инвестиционных проектов и их реализации с наименьшими рисками;
- оценку соответствия продукции заявленным характеристикам и параметрам безопасности, гарантии качества нанопродукции на всех стадиях производства и потребления;
- подтверждение соответствия предприятий и объектов наноиндустрии международным требованиям безопасности производства и использования продукции наноиндустрии, а также способствует формированию через выданные сертификаты соответствия положительного общественного мнения о надежности и безопасности нанопродукции и нанотехнологий;
- сертификацию систем менеджмента качества предприятий, работающих в наноиндустрии (ISO 9000);
- сертификацию систем экологического менеджмента предприятий, работающих в наноиндустрии (ISO 14000).

Как отметил руководитель сертификационного центра РОСНАНО В.В. Иванов: «Сеть испытательных центров, которая будет сотрудничать с Системой сертификации «НАНОСЕРТИФИКА», пока формируется. В ближайшее время удостоверение на проведение испытаний получают первые 13 аккредитованных лабораторий, но в перспективе в Систему войдут сотни центров. Поэтому у нас есть острая необходимость в квалифицированных кадрах в области сертификации и метрологии, и организация серии тематических школ «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и наноиндустрии» на регулярной основе полностью оправданна».

По данным В.М. Лахова [40] актуальность метрологического обеспечения нанотехнологий, включающего обеспечение единства измерений и оценку соответствия продукции наноиндустрии, можно иллюстрировать следующим примером: нанотрубки, изготавливаемые в г. Зеленограде, покупаются по цене \$100 за грамм, а после метрологической экспертизы и сертификационных испытаний эта же продукция продается в десятки раз дороже (\$5000). Поэтому крайне важно развивать методическую составляющую инфраструктуры наноиндустрии, чтобы эта часть дохода оставалась у отечественного производителя. В этой связи ведущие страны в области нанотехнологий наряду со скоординированными программами развития нанотехнологий разрабатывают программы и проекты развития сис-

темы обеспечения единства измерений, стандартизации и создания на их базе системы оценки соответствия продукции наноиндустрии, что очень важно для развития рынка нанотехнологий. Нам необходимо иметь собственную, признаваемую международным бизнес-сообществом систему метрологического обеспечения и созданную на ее базе систему оценки соответствия продукции наноиндустрии. Этими задачами занимаются: в США – Национальный институт стандартов NIST (National Institute of Standards and Technology), имеющий крупные отделения, специализирующиеся на исследованиях фундаментальных и прикладных проблем в области метрологического обеспечения наноиндустрии, в Англии – Национальная физическая лаборатория NPL (National Physical Laboratories), в Германии – Федеральный физико-технический институт PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt), а также национальные метрологические институты Японии, Китая, Кореи, Италии и других стран. Объем финансирования этих работ составляет от 20 % (в Евросоюзе) до 50 % (в Японии) от объема средств, вкладываемых в развитие нанотехнологий.

5.3. Цели и задачи Регионального отделения ЦМО

К настоящему времени разработаны документы по организации региональных отделений ЦМО по федеральным округам России. Например, функции регионального отделения ЦМО в Центральном федеральном округе (РО ЦМО ЦФО) возложены на ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»).

В своей деятельности РО ЦМО руководствуется российским законодательством, нормативными актами Правительства РФ, ГК «РОСНАНО-ТЕХ», Ростехрегулирования, уставными документами ЦМО.

Целью деятельности Регионального отделения ЦМО в своем федеральном округе является объединение и координация усилий ученых, технологов, испытателей, метрологов и стандартизаторов при проведении работ по выполнению заданий и проектов по созданию продукции наноиндустрии и нанотехнологий, обеспечение метрологического сопровождения на всех стадиях их разработки, создания, испытаний и внедрения, эффективное использование в этих работах эталонной базы страны и уникального измерительного и испытательного оборудования, создания необходимых условий для оценки соответствия этой продукции и признания результатов

этой оценки на международном уровне в целях повышения конкурентоспособности продукции наноиндустрии Российской Федерации.

Для достижения этих целей Региональному отделению ЦМО предстоит выполнение следующих задач:

- создание необходимого и достаточного уровня метрологического обеспечения предприятий наносети региона и, прежде всего, создание комплекса эталонов в области измерений в нанометровом диапазоне, а также создание стандартных образцов наноматериалов, в том числе на базе государственных стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов;

- организационное и методическое обеспечение работ по оценке соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии в регионе;

- координация работ по стандартизации параметров и свойств материалов, объектов, элементов и структур нанотехнологий, подлежащих измерениям;

- обеспечение информационно-аналитической поддержки работ в области нанотехнологии;

- создание и ведение информационных фондов и автоматизированных баз данных по вопросам метрологического обеспечения, измерительных и калибровочных возможностей, стандартизации параметров и характеристик материалов, объектов, элементов и структур нанотехнологии, по оценке соответствия нанотехнологии и продукции наноиндустрии с целью обеспечения этой информацией предприятий наносети региона.

5.4. Управление деятельностью РО ЦМО

Управление деятельностью и структуру Регионального отделения ЦМО рассмотрим на примере Центрального федерального округа.

Исполнительная дирекция отделения создана на базе ФГУП «ВНИИМС» для осуществления общего руководства практической деятельностью Регионального отделения. Здесь же функционирует организационно-методический центр, обеспечивающий организацию работ по всем направлениям деятельности отделения. В работах РО ЦМО принимают участие отдельные научные подразделения ФГУП «ВНИИМС» в соответствии с их специализацией в части выполнения конкретной тематики в области нанотехнологий. К работе подключаются также организации Ростехрегулирования, в том числе ЦСМ данного региона, метрологические институты и центры. Они дополняют возможности ФГУП «ВНИИМС» в соответствии

со своей специализацией. При этом включаемые в число участников отделения ЦМО институты могут территориально располагаться в других федеральных округах.

Кроме того, ставка делается на:

- предприятия наносети региона, имеющие аккредитованные измерительные, калибровочные, поверочные и/или испытательные лаборатории;
- группы организаций и объединений – центры коллективного пользования уникального оборудования, лаборатории и кафедры вузов, которые существенно могут помочь в решении задач отделения;
- органы по аккредитации и сертификации, специализирующиеся на работах в области наноиндустрии.

Конкретные организации включаются в состав Регионального отделения ЦМО на основе подписанного с ним Соглашения о сотрудничестве.

Координирующим и консультативно-совещательным органом, постоянно действующим при Региональном отделении ЦМО, является Научно-методический Совет, в состав которого входят представители Ростехрегулирования, ФГУП «ВНИИМС» и других участников отделения.

Совет рассматривает перспективы работ по важнейшим направлениям деятельности отделения, разрабатывает общие подходы и принципы проведения работ, рассматривает проекты организационно-методических документов и принимает соответствующие рекомендации, создает условия для взаимодействия организаций и предприятий в рамках Регионального отделения ЦМО. В структуру Совета входят несколько специализированных секций в соответствии с возложенными на отделение задачами.

Функции технического секретариата Совета выполняет Исполнительная Дирекция и ее подразделение, обеспечивающее организационно-методические работы деятельности отделения.

Вопросы численности Совета, представительства в нем, порядок назначения его Председателя, структура и порядок работы определяются Положением о Научно-методическом Совете, утверждаемым Ростехрегулированием.

Региональному отделению ЦМО в лице его Исполнительной Дирекции предоставляется право в необходимых случаях привлекать к выполнению соответствующих работ внешних консультантов, системных и технических экспертов.

Региональное отделение ЦМО (рис. 5.6) в своей деятельности подотчетно Ростехрегулированию, ЦМО (ФГУП «ВНИИОФИ») и контролируется соответствующими структурами ФЦП «Развитие инфраструктуры нано-

индустрии в Российской Федерации на 2008 – 2010 годы» по развитию методической составляющей инфраструктуры наноиндустрии (Координационный совет, Рабочая группа, Секция), а по общим организационным и методическим вопросам деятельности взаимодействует с ЦМО на базе ФГУП «ВНИИОФИ» и руководствуется уставными документами ЦМО.

Общее руководство работой Регионального отделения ЦМО осуществляет формируемая ФГУП «ВНИИМС» и Головной научной организацией РНЦ «Курчатовский институт» Исполнительная Дирекция отделения, которая Программой по координации работ в области нанотехнологий и наноматериалов обеспечивает:

- планирование, координацию и контроль хода выполняемых работ;
- заключение от имени отделения соответствующих хозяйственных договоров;
- взаимодействие с организациями – участниками отделения с учетом положений Соглашения о сотрудничестве;
- подготовку предложений по рассмотрению на заседаниях Научно-методического Совета и его секциях научных и организационно-методических проблем деятельности отделения и реализацию рекомендаций Совета, а также ведение его технического секретариата;
- контроль наличия и соблюдения соответствующих требований к системам управления качеством в рамках отделения;
- подготовку годовых отчетов о деятельности Регионального отделения ЦМО.

При Региональном отделении ЦМО организуется научно-методический Совет. Он является консультативно-совещательным органом и его решения имеют рекомендательный характер. Структура Совета приведена на рис. 5.7.

Структура и персональный Совет утверждаются Ростехрегулированием. Для обеспечения оперативного принятия решений между заседаниями Совета создается Президиум, состоящий из Председателя, его двух заместителей, представляющих ВНИИОФИ, и Головное отраслевое отделение ЦМО (РНЦ «Курчатовский институт»), ответственного секретаря и пяти членов Совета.

В задачи Совета входят рассмотрение всего комплекса вопросов по развитию методической составляющей инфраструктуры наноиндустрии, разработка подходов, рекомендаций и решений по обеспечению метрологического сопровождения выполняемых организациями и предприятиями наносети региона конкретных работ по созданию технологий и продукции

наноиндустрии, по эффективному использованию в указанных работах эталонной базы страны, уникального измерительного и испытательного оборудования, стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, а также по созданию необходимых условий для оценки продукции наноиндустрии.

Для выполнения этих задач Совет организует работы и рассматривает:

- актуальные задачи, техническую политику и перспективы развития методической составляющей инфраструктуры наноиндустрии в регионе;

- результаты анализа состояния работы наносети региона и важнейшие задачи в области метрологического обеспечения, стандартизации и оценки соответствия технологий и продукции наноиндустрии;

- результаты анализа имеющегося у организаций и предприятий региона уникального измерительного оборудования и предложения по его эффективному использованию в режиме коллективного применения;

- методические рекомендации по оценке измерительных и калибровочных возможностей предприятий и организаций, входящих в состав отделения, и предложения по проведению необходимых мероприятий по обеспечению их взаимного и международного признания;

- состояние в регионе работ по аккредитации измерительных, калибровочных и испытательных лабораторий и рекомендации по разработке и применению общих принципов проведения этих работ;

- основные направления работ по стандартизации параметров и свойств материалов, объектов, элементов и структур, подлежащих измерениям, и состояние этих работ в регионе;

- результаты анализа состояния и предложения по изучению и внедрению международного опыта работ в области нанотехнологий и их метрологического обеспечения;

- предложения по совершенствованию системы информационного обеспечения организаций и предприятий – участников Отделения ЦМО;

- состояние в организациях и предприятиях – участниках Регионального отделения ЦМО системы управления качеством продукции и разработка общих принципов оценки эффективности этой системы;

- предложения по совершенствованию структуры и деятельности Регионального отделения ЦМО, а также совершенствованию взаимодействия его участников;

- проекты организационно-методических рекомендаций и других документов по деятельности отделения.

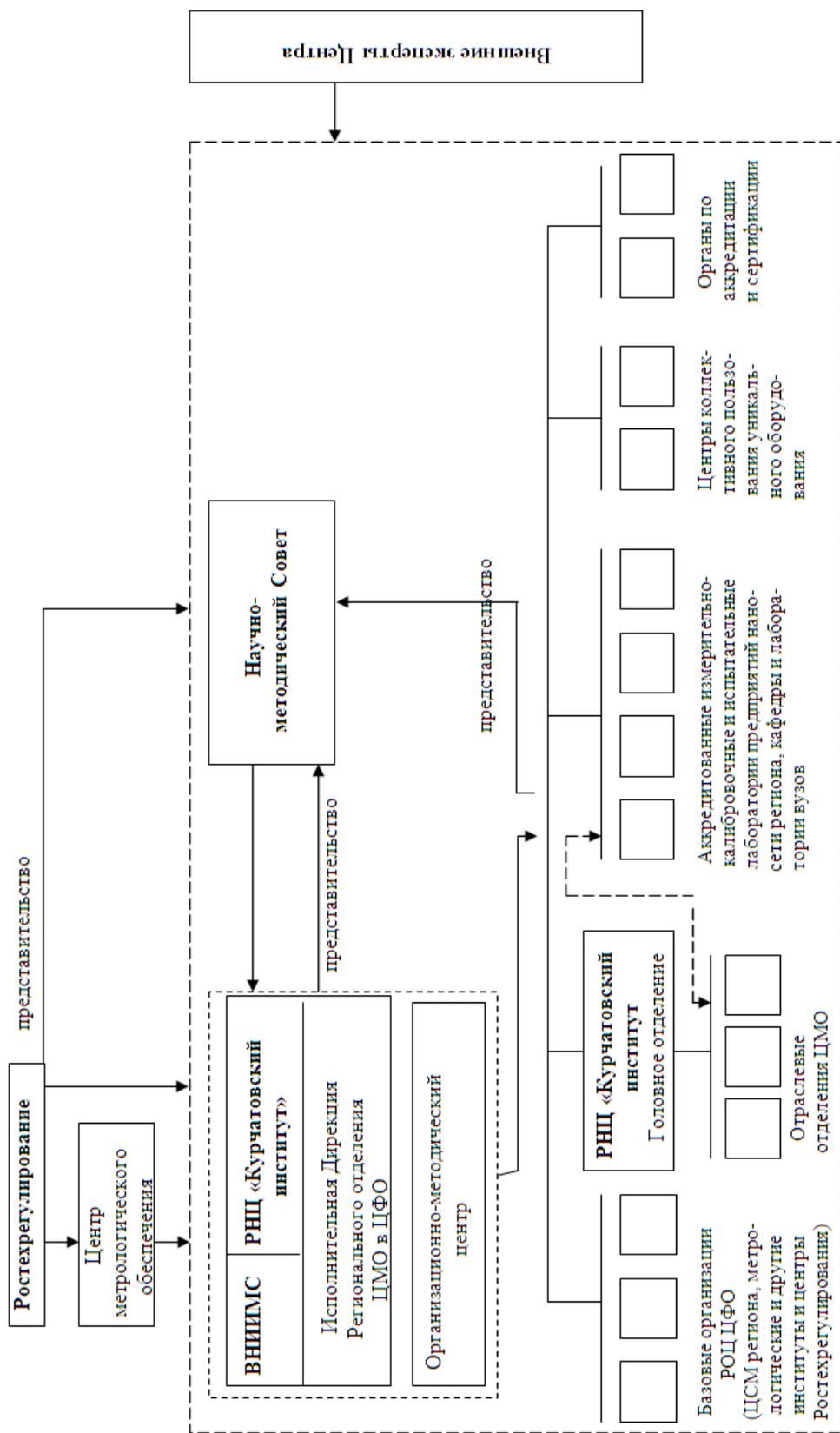


Рис. 5.6. Региональное отделение ЦМО и оценки соответствия нанотехнологии и продукции нанопроизводства в Центральном федеральном округе

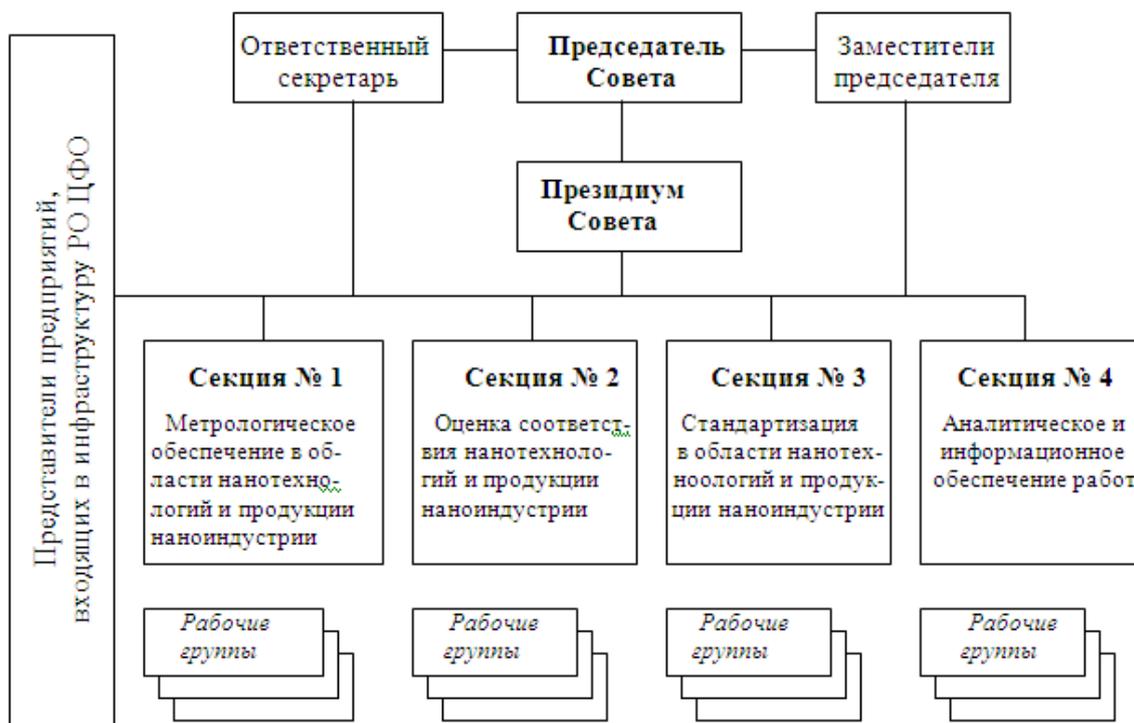


Рис. 5.7. Структура научно-методического Совета Регионального отделения ЦМО и оценки соответствия нанотехнологии

В области метрологического обеспечения наноиндустрии точные, достоверные и прослеживаемые измерения являются основой обеспечения успешного и безопасного развития нанотехнологий, а также доказательной базой для оценки и подтверждения соответствия продукции наноиндустрии.

Предметом измерений в сфере наноиндустрии являются геометрические параметры, структура, состав и физико-химические свойства нанообъектов. Пути развития и эффективность системы обеспечения единства измерений параметров нанообъектов зависят от того, насколько эффективно работает механизм постоянного изучения измерительных задач, а также проводится анализ измерительных и калибровочных потребностей в сфере нанотехнологий, сопоставления их с имеющимися калибровочными возможностями, выработки обоснованных требований к эталонной базе, системе эталонных мер и стандартных образцов, необходимости разработки новых методик выполнения измерений, испытаний, поверки и калибровки средств измерений. При этом очень важно не только осуществлять мероприятий по модернизации существующих и разработке новых эталонов в рамках ведомственной целевой программы «Эталоны России», но и обеспечить участие в международных сличениях российских эталонов с анало-

гичными национальными эталонами ведущих стран мира, а также обеспечить международное признание измерительных и калибровочных возможностей России в сфере наноиндустрии. Значительный объем работ предстоит выполнить в области создания эталонных мер и тест-объектов, а также системы изготовления и аттестации стандартных образцов состава и свойств наноматериалов, роль которых в последнее время неизмеримо возрастает. Крайне важно также отработать систему своевременной разработки, аттестации и внедрения гармонизированных с международными требованиями унифицированных методик выполнения измерений, поверки, калибровки и испытаний высокоточных средств измерений, чтобы они не становились «метрологическими барьерами» на пути внедрения инновационных технологий в сфере наноиндустрии.

В области стандартизации Россия ведет работы в сфере нанотехнологий, однако их интенсивность пока еще отстает от интенсивности стандартизации стран с наиболее активно развивающейся наноиндустрией. Междисциплинарный характер нанотехнологий, различная терминология, разные технологические и измерительные подходы и методы, используемые в различных отраслях, обусловили важность стандартизации, без адекватного развития которой выход нанопродукции на рынок будет закрыт. Планы национальной стандартизации должны включать в себя разработку национальных стандартов по общим вопросам метрологического обеспечения наноиндустрии (в том числе по терминологии), эталонным материалам и стандартным образцам в области наноиндустрии, аттестации испытательного оборудования, методикам поверки (калибровки) конкретных средств измерений, применяемых в нанотехнологиях, а также национальных стандартов на нанопродукцию, определенную как приоритетную (стандарты общих технических условий, стандарты общих технических требований, стандарты технологических процессов). При накоплении достаточных объемов требований к обеспечению безопасности нанотехнологий и продукции наноиндустрии необходимо разработать комплекс соответствующих технических регламентов.

Исключительно важным является активное участие российских специалистов в работе международных организаций по стандартизации в сфере нанотехнологий (ИСО ТК 229, МЭК и др.), без чего просто невозможно создать стройную систему нормативно-правовых и нормативно-методических документов, гармонизированную с требованиями междуна-

родных стандартов. Это создаст условия для выхода на внешний рынок продукции отечественной наноиндустрии.

В области обеспечения безопасности использования нанотехнологий и продукции наноиндустрии, а также оценки и подтверждения ее соответствия необходимо отметить, что, по мнению экспертов, стратегия развития нанотехнологий сопоставима с атомным проектом не только по важности своих потенциальных прогрессивных достижений, но и по значимости потенциально опасных факторов, связанных с использованием некоторых видов нанотехнологий и наноматериалов. Именно поэтому вопросы безопасности в сфере нанотехнологий заслуживают отдельного рассмотрения. Под обеспечением безопасности при создании и применении нанотехнологий и наноматериалов понимается комплекс организационных и технических мероприятий, направленных на создание системы гарантированной безопасности людей как на объектах наноиндустрии, так и при использовании наноматериалов и продукции на их основе, а также безопасную утилизацию отходов наноиндустрии.

5.5. Направления работ в области нанометрологии

Основные направления работ включают:

- анализ возможностей и потребностей организаций и предприятий наносети региона в работах по метрологическому обеспечению, стандартизации и оценке соответствия;

- проведение системных исследований по повышению эффективности деятельности метрологических служб организаций и предприятий наносети региона;

- анализ имеющегося у организаций и предприятий региона уникального измерительного и испытательного оборудования и осуществление мер по его эффективному использованию на основе коллективного применения;

- разработка методов и средств обеспечения единства, достоверности и прослеживаемости измерений параметров наноструктурных объектов, материалов и нанотехнологий;

- проведение комплекса работ по модернизации и совершенствованию существующих прецизионных средств измерений путем значительного повышения точности характеристик воспроизведения и передачи единиц величин, используемых в области нанотехнологий, а также по созда-

нию новых эталонных измерительно-технологических комплексов, необходимых для обеспечения единства измерений в области нанотехнологии, разработке методов создания и аттестации стандартных образцов веществ и наноматериалов, эталонных мер и тест-объектов для калибровки средств измерений в сфере nanoиндустрии;

- мониторинг измерительных, калибровочных и сертификационных возможностей и потребностей региональной наносети и обмен информацией с другими региональными отделениями ЦМО;

- проведение работ по международному признанию измерительных и калибровочных возможностей аккредитованных лабораторий, а также признанию результатов оценки соответствия;

- участие в аккредитации метрологических служб организаций и предприятий на техническую компетентность по выполнению метрологических работ и услуг, в аккредитации измерительных и калибровочных лабораторий, а также в сертификации системы менеджмента качества предприятий с учетом требований стандарта ИСО/МЭК 17025;

- мониторинг потребностей региональной наносети в стандартизации параметров и свойств материалов, объектов, элементов и структур нанотехнологий, подлежащих измерениям;

- разработка стандартизованных методик выполнения измерений, поверки, калибровки и испытаний средств измерений, а также измерительного контроля параметров и свойств наноструктурных объектов и материалов;

- формирование информационных фондов, создание специализированных баз данных и обеспечение работы системы обмена информацией между организациями, входящими в состав региональной нанотехнологической сети, а также обмена информацией между другими региональными отделениями ЦМО;

- сертификация экспертов-метрологов, участвующих в работах по метрологическому обеспечению, стандартизации и оценке соответствия нанотехнологий и продукции nanoиндустрии;

- подготовка и публикация в отечественных и зарубежных журналах результатов работ, выполненных в Региональном отделении ЦМО, организация и участие в российских и международных выставках и экспозициях, подготовка рекламных материалов;

- проведение отбора и обучения специалистов из числа выпускников высших и средних учебных заведений, в том числе в аспирантуре, организация стажировок в метрологических институтах и ЦСМ.

5.6. Организация исследований и кадровое обеспечение наноиндустрии

За Министерством образования и науки Российской Федерации закреплены функции по выработке государственной политики, нормативно-правовому регулированию и кадровому обеспечению в сфере нанотехнологий.

С целью реализации указанных функций Министерство осуществляет: координацию исследований и разработок в сфере нанотехнологий, в том числе определение приоритетных направлений развития нанотехнологий и наноматериалов, ресурсного обеспечения форм межведомственного взаимодействия в сфере нанотехнологий, обеспечение распределения компетенции по вопросам проведения исследований и разработок в области нанотехнологий и наноматериалов, организация широкомасштабных фундаментальных исследований по перспективным направлениям науки, определяющим прогресс в области нанотехнологий и наноматериалов, а также долгосрочной государственной поддержки прикладных исследований, направленных на коммерциализацию разработок, разработка порядка межведомственной независимой экспертизы НИОКР в сфере нанотехнологий.

Кроме того, в целях обеспечения формирования кадровой базы для сферы нанотехнологий за Министерством закрепляется полномочие по самостоятельному принятию федеральных государственных образовательных стандартов, в том числе в части подготовки кадров для сферы нанотехнологий, федеральных государственных требований к структуре основной профессиональной образовательной программы послевузовского профессионального образования (за исключением докторантуры), к структуре основной общеобразовательной программы дошкольного образования и условиям ее реализации, к минимуму содержания дополнительной профессиональной образовательной программы и уровню профессиональной переподготовки.

Подготовка кадров для организаций – участников ФЦП призвана решать две важнейшие задачи:

- подготовку молодых специалистов и аспирантов на базе ведущих вузов;
- повышение квалификации работающих специалистов за счет переподготовки и организации их стажировок в научно-образовательных

центрах при ведущих метрологических институтах как в России, так и за рубежом.

Финансирование образовательных проектов осуществляется также и корпорацией РОСНАНОТЕХ. В 2008 – 2010 годы корпорация планирует осуществить запуск пилотных образовательных проектов, направленных в первую очередь на подготовку и переподготовку специалистов, необходимых для достижения целей инвестиционных проектов в сфере нанотехнологий.

На 2009 год в корпорацию поступили заявки из ведущих вузов страны на реализацию 8 пилотных проектов. В частности заявка на проект «Международная магистерская образовательная программа «Нанодиагностика, метрология, стандартизация и сертификация продукции нанотехнологий и nanoиндустрии» (Московский институт стали и сплавов и Московский физико-технический институт)» прошла внутрикорпоративные экспертные процедуры, получила положительные заключения внешних экспертов.

Корпорацией ведется также работа с заявителями инновационных проектов ОАО Научно-производственным предприятием «Квант» и Институтом новых углеродных материалов и технологий по подготовке специалистов для команд – исполнителей инвестиционных проектов.

Создание системы подготовки кадров и повышения их квалификации в области метрологического обеспечения, стандартизации и подтверждения соответствия нанотехнологий и продукции nanoиндустрии приведено на рис. 5.8.

Сформированы рабочие группы Правительственного совета по направлениям: «Стратегия развития nanoиндустрии (кадровая и научная составляющая)», «Новая продукция nanoиндустрии и экономические перспективы развития nanoиндустрии» и «Нормативно-правовая база развития нанотехнологий». В рамках ФЦП «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в РФ на 2008 – 2010 годы» будет создано 39 научно-образовательных центров (НОЦ) на базе российских вузов. Сегодня 27 российских вузов имеют лицензии и готовят кадры по направлению «Нанотехнологии». Среди них:

1. Санкт-Петербургский государственный университет в рамках договора с Минобрнауки РФ открыл Центр нанотехнологий. СПбГУ начал обучать нанотехнологиям по новым образовательным программам – «На-

нобиология» и «Новые материалы и нанотехнологии». Среди ключевых задач Центра – «систематизация работ в области новых материалов».



Рис. 5.8. Схема реализации подготовки и повышения квалификации кадров в области nanoиндустрии

2. Московский государственный институт электронной техники (МИЭТ) создал федеральный информационно-аналитический центр (ИАЦ) «Нанотехнологии и наноматериалы». Центр проводит постоянный мониторинг публикуемой информации в области нанотехнологий и наноматериалов, включая монографии, сборники статей, справочные издания, публикации в периодической литературе. Здесь же создан центр «Нанотехнологии в электронике», имеющий приоритетные научные направления исследований:

- зондовая микроскопия;
- зондовая нанотехнология;
- поиск новых методов и материалов для создания элементов nanoэлектроники.

3. В Нижегородском государственном университете им. Н.И. Лобачевского в рамках реализации приоритетного национального проекта «Образование» в 2007 году создан центр nanoиндустрии.

4. На базе Московского энергетического института (технического университета) в 2004 году образован nanoцентр, в задачи которого входит:

- обучение нанотехнологии как большой системе в соответствии с государственной лицензией;
- нанотехнологический менеджмент;
- междисциплинарные лекционные курсы и практикумы;
- нанонаука.

Тематика исследований весьма разнообразна:

- Нанобетон. Создание нанотехнологических средств управления качеством конструкционных материалов и бетонов для строителей индустрии.
- Геном. Математический анализ генетического кода с целью прогнозирования функций кодовых структур ДНК.
- Нанознергетика. Топливные элементы чипа кремния.
- Система для корпоративной логистики.
- Суперсенсор. Сверхчувствительный акустический сенсор – интеллектуальная NEMS с туннельным эффектом.

5. В Московском государственном институте радиотехники, электроники и автоматики (МИРЭА) открыт Международный учебно-научный центр «Нанотехнологии для сверхскоростной телекоммуникации». Целью деятельности центра является:

- научные разработки в области нанотехнологии для фотоники, в частности: создание фотонных кристаллов и фотонно-кристаллических элементов и устройств, исследование распространения сверхкоротких (фемтосекундных) лазерных импульсов в наноструктурах и фотонных кристаллах;
- подготовка студентов по специальности «Нанотехнологии в электронике»;
- развитие международных связей в области нанотехнологий для проведения совместных исследований, развития инновационной деятельности, повышения качества образования.

6. Югорский центр нанотехнологий (г. Ханты-Мансийск) создан в 2005 году. Центр создан благодаря целевой финансовой поддержке Министерства науки и образования Российской Федерации. Основное направление деятельности центра – решение научных задач в области технологии объектов, размеры которых сравнимы с размерами атомов или молекул.

7. В Ижевском государственном техническом университете центр нанотехнологий – в стадии становления. Уже присутствует весь комплекс необходимых составляющих:

- сконцентрированы научные, теоретические и прикладные исследования;
- активно ведутся инновационные работы, направленные на реализацию в реальном секторе экономики;
- присутствует образовательная компонента – способность готовить специалистов в области нанотехнологий.

8. В Московском государственном университете в 2008 году создан научно-образовательный центр по нанотехнологиям.

9. Основные направления деятельности Московского инженерно-физического института (МИФИ) в области нанотехнологий связаны с наноэлектроникой, нанокластерами, конструкционными наноматериалами и нанометрологией.

10. Центр исследования поверхности и наноразмерных систем в Физико-техническом институте УрО РАН г. Ижевска решает задачи в следующих областях:

- материаловедение;
- нанометрология;
- микро- и наноэлектроника;
- тонкопленочные технологии;
- трибология;
- анализ брака производства;
- медицина;
- биология;
- обучение и повышение квалификации кадров, научно-методическая помощь в области исследований поверхности и наноразмерных систем;
- разработка и изготовление систем автоматизации (программно-аппаратных комплексов) для спектроскопического и микроскопического оборудования, а также установок структурного анализа.

11. Региональный межведомственный Центр коллективного пользования (РМЦКП) «Нанотехнологии» Таганрогского государственного радиотехнического университета выполняет научно-исследовательские работы по микро- и нанотехнологии, проектированию и конструированию полупроводниковых приборов микро- и наноэлектроники, а также обучение и повышение квалификации кадров, научно-методическую помощь в области исследований поверхности и наноразмерных систем.

12. Региональный Центр зондовой микроскопии коллективного пользования (РЦЗМкп) при Рязанском государственном радиотехническом университете. Основные направления работ центра состоят в исследовании:

- топологических характеристик поверхности твердых тел с высоким разрешением;

- магнитной и электрической морфологии поверхности магнитных и сегнетоэлектрических материалов электроники;

- квантово-размерных структур – гетероструктур с квантовыми ямами, квантовыми точками и квантовыми нитями;

- неупорядоченных систем и пленок неупорядоченных полупроводников, исследование морфологии пленок и процессов роста с позиций теории самоорганизации.

13. Объединенный учебно-научно-производственный центр «Нанотехнологии» Ивановского государственного химико-технологического университета проводит работы в области:

- определения рельефа поверхности в контактном и полуконтактном режимах;

- сканирования поверхности методом туннельной микроскопии;

- получения изображений поверхности в виде распределения коэффициента трения или твердости материала;

- определения силы адгезии и распределения потенциала взаимодействия с зондом при удалении от поверхности в определенной точке.

14. Уральский Центр коллективного пользования «Современные нанотехнологии» на базе Уральского государственного университета им. А.М. Горького проводит исследования в области сканирующей зондовой микроскопии:

- в контактном режиме атомно-силовой микроскопии;

- в полуконтактном режиме атомно-силовой микроскопии;

- в режиме магнитной силовой микроскопии;

- в режиме электростатической силовой микроскопии.

Кроме того, проводятся работы в области оптической микроскопии и механической обработки наноматериалов.

15. Междисциплинарный Центр коллективного пользования (ЦКП) Владимирского государственного университета также выполняет роль научно-образовательного центра (НОЦ). Основное содержание его деятель-

ности связано со следующими направлениями: математическое и физическое моделирование составов, структуры, геометрии и процессов синтеза новых наноматериалов с заданными физико-химическими свойствами; реализация на практике синтеза таких материалов и образцов из них с необходимым научно-методическим обеспечением; метрологическое обеспечение создания новых нанотехнологий и диагностика (в т.ч. в реальном масштабе времени) получаемых наноструктурированных материалов и образцов.

Для своевременного и оперативного решения научных и кадровых проблем в сфере nanoиндустрии необходима соответствующая система информационного обеспечения (рис. 5.9).

Основными отечественными и научными центрами, в которых проводятся исследования в области нанометрологии, являются: Институт химии и химической технологии СО РАН, ОАО НИИ «Измерения», ЗАО «Нанотехнология МДТ» (Москва, Зеленоград), Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, Институт проблем технологий микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, ВНИИМС, ВНИИОФИ, Институт стали и сплавов (МИСиС), Московский физико-технический институт (МФТИ), Институт общей физики им. А.М. Прохорова.

Считается, что российские научные организации находятся на мировом уровне по качеству НИР и ОКР в области нанометрологии. В России выполняется порядка 5 – 7 % всего объема мировых исследований в данной научной области.

Изложенное свидетельствует, что для ликвидации сложившегося отставания необходимы мероприятия по развитию нанотехнологий в Российской Федерации и с целью выпуска конкурентноспособной нанопродукции. Эти мероприятия должны:

- ликвидировать отставание темпов национальной стандартизации в nanoиндустрии от темпов достигнутых в наиболее развитых в области нанотехнологий странах;
- поддерживать высокую степень гармонизации национальных стандартов с международными аналогами и активное участие России в работе международных организаций по стандартизации, в том числе технического комитета ИСО ТК 229 и др.;
- считать первоочередными объектами стандартизации в нанотехнологиях в рассматриваемый период вопросы терминологии, методов из-

мерений и испытаний, качества и безопасности использования нанотехнологий и наноматериалов, совместимость и взаимодействие всех подразделений отрасли;

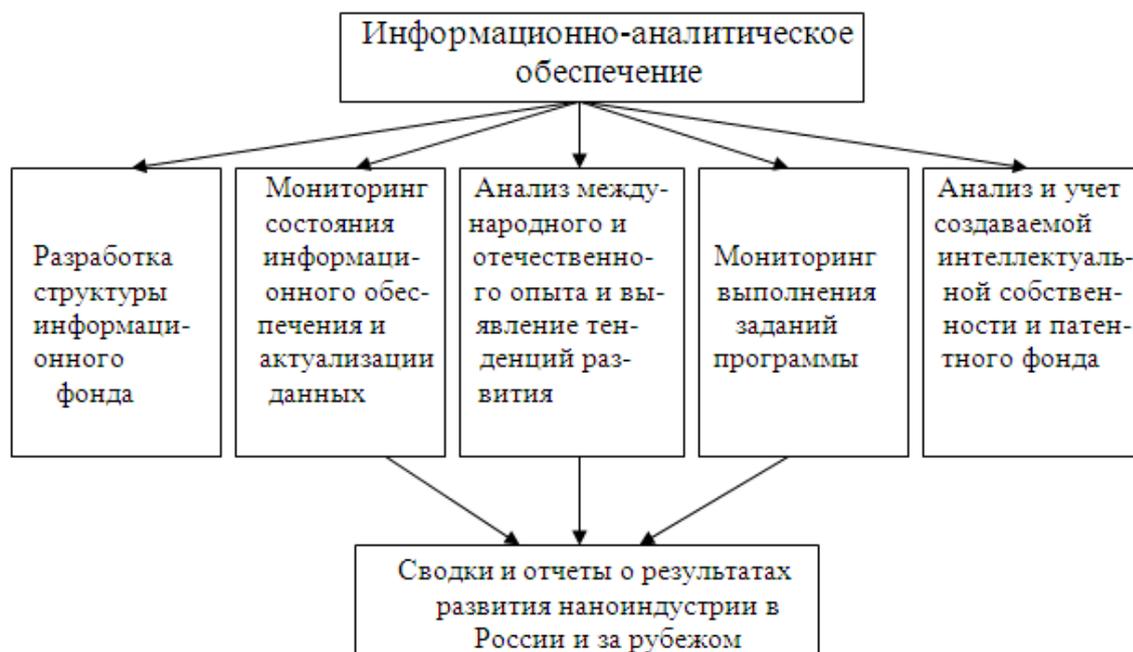


Рис. 5.9. Система информационного обеспечения

- осуществить кадровое обеспечение не только в сфере производства наноизделий, но и метрологического обеспечения всех этапов «жизни» этих изделий, их стандартизацию и сертификацию.

5.7. Проблемы и задачи нанометрологии

Говоря о роли метрологии в вопросах нанотехнологии надо помнить очень емкие и широко известные тезисы: «Если нельзя измерить, то нельзя создать» и «Излишняя точность может быть разорительной, а неточность – губительной».

Поэтому в МО нуждаются, безусловно, как сам технологический процесс создания новых наноструктур, основанный на управлении перемещениями атомов, молекул или молекулярных систем в пространственных областях длин нанометрового диапазона, так и измерения параметров создаваемых наноустройств, а также характеристик материалов со специальными физическими, химическими и биологическими свойствами. Осо-

бую задачу представляют съем и обработка измерительной информации с устройств столь малых размеров, обеспечение достоверности и метрологической надежности измерений, выполняемых при этом.

Следует отметить, что измерения и контроль некоторых параметров технологических процессов в области нанотехнологий и применения наноразмерных устройств, а также характеристик материалов со специальными физическими, химическими и биологическими свойствами, создаваемых в результате промышленного применения нанотехнологий, во многих случаях осуществляется в рамках традиционной метрологии. Однако новые характеристики и возможности изделий наноиндустрии и свойства материалов, создаваемых в результате применения нанотехнологий, предъявляют особые требования к применяемым средствам измерений и их МО. Эти средства измерений должны обладать новыми функциональными возможностями, расширенными диапазонами измерений и повышенной точностью, что ужесточает требования к уровню обеспечения единства измерений в стране. В первую очередь, это относится к точности, диапазонам измерений и функциональным возможностям первичных эталонов и обуславливает необходимость их направленного совершенствования, а также, возможно, и создания для России новых, исходных эталонов. Понятно, что решение проблем МО нанотехнологий не ограничивается совершенствованием эталонов, требуется модернизация существующего и создание более современного, отвечающего новым задачам поверочного оборудования, а также разработка нормативных документов на методы и средства поверки измерений, применяемых в наноиндустрии и других областях использования нанотехнологий, на методики выполнения измерений в связи с развитием нанотехнологий.

Заслуживающим внимания становится факт появления многочисленных публикаций о модернизации международной системы физических величин (СИ) на основе фундаментальных физических констант. Естественно, это, в первую очередь, коснется и нанометрологии. В литературе [3] появился даже термин «квантовый метрологический треугольник» или «метрологическая триада», включающая квантовые эталоны трех единиц: напряжения (U), частоты (ν) и силы тока (I) (рис. 5.10).

Так называемый квантовый электрический стандарт базируется на взаимосвязи квантовых проявлений: эффекта Джозефсона, эффекта Холла и эффекта одноэлектронного туннелирования.

По данным Национального института стандартов и технологий США (NIST) (см. журнал «Управление качеством», № 12, 2008, с. 40 – 44) на пути нанотехнологических инноваций существует ряд «метрологических барьеров».

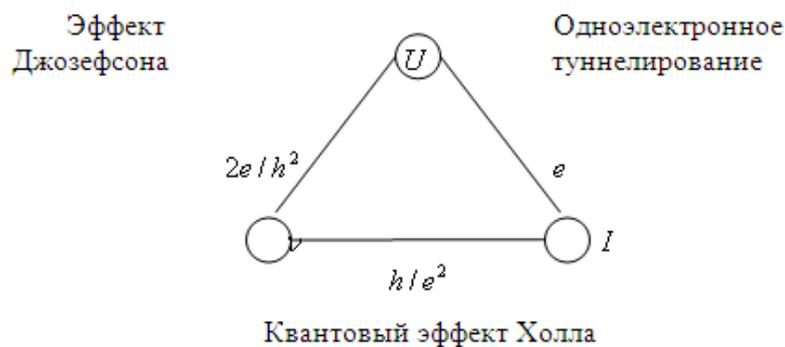


Рис. 5.10. «Метрологическая триада» – квантовый электрический стандарт

Отсутствие достаточного количества измерительных преобразователей и устройств, предназначенных для:

- обнаружения и последующего лечения заболеваний, вызванных инфекциями и нарушениями питания, включая авитаминоз;
- решения задач в области здравоохранения;
- выявления и прослеживания развития патогенных микроорганизмов в пищевых и сельскохозяйственных продуктах и культурах;
- использования в наносепараторах и нанобиореакторах;
- обеспечения безопасности для здоровья человека пищевых продуктов;
- количественного описания влияния окружающей среды и деградации почв;
- создания предохраняющих от загрязнений наноповерхностей (например, при упаковке продуктов).
- Необходимость обеспечения широкого диапазона измерений, связанных с исследованиями, описаниями свойств, синтезом новых наноматериалов, а именно:
 - с описанием и разработкой путей, методик и средств измерений свойств наноматериалов;
 - разработкой путей развития инфраструктуры;

- разработкой национальных стандартов и международных соглашений, касающихся синтеза и анализа наноматериалов;

- созданием строгой и четкой системы практической метрологии в промышленности;

- разработкой зондов и измерительных головок для выполнения измерений и моделирования в процессе синтеза наноматериалов;

- измерениями воздействий наноматериалов на окружающую среду, здоровье и безопасность людей.

- Потребность в разработке системы метрологического обеспечения процессов создания наноструктур в качестве оптимизированных переносчиков энергии.

- Потребность в системе метрологического обеспечения (включая терминологию, теорию, отображение информации и формирование изображений, моделирование), позволяющей использовать структуры и принципы их функционирования при компоновке новых наноматериалов, предназначенных для использования в энергетике (перенос массы и энергии, регистрация данных, преобразование, производство).

- Потребность в разработке системы метрологического обеспечения и соответствующей инфраструктуры, адаптированной применительно к специфике синтеза наноматериалов для специальных применений в энергетике (например, при создании углеродных нанотрубок для хранилищ водорода).

- Необходимость описания свойств наноразмерных цеолитов и наноструктур, применяемых в катализаторах химических процессов при контроле состояния окружающей среды.

- Потребность в разработке системы метрологического обеспечения, необходимой для синтеза технологии изготовления диспергированных суспензий наночастиц без абсорбирующих добавок.

- Потребность в метрологическом обеспечении новых нанопреобразователей и других технических средств для обнаружения химических, биологических, радиологических и взрывоопасных веществ и материалов; наноматериалов для усовершенствования защитной одежды и фильтров, а также средств защиты от нападений.

При этом некоторые количественные оценки «веса» («важности») тех или иных барьеров можно установить из диаграммы рис. 5.11.

Весьма важно установить источники, влияющие на точность измерений в сфере наноиндустрии. Конечно, таких источников бесчисленное множество, главные должны быть выявлены и максимально детализированы. Например, микроскопия нанообъекта с помощью РЭМ обладает рядом преимуществ, перечисленных в гл. 2, но измерение линейных размеров микроструктуры осуществляется по сколу образца.

Однако при этом возникает ряд трудностей:

- иногда скол образца невозможно осуществить физически;
- скол очень трудно получить под нужным углом;
- полученный образец трудно установить под нужным углом относительно электронного зонда;
- для уменьшения случайной погрешности измерений надо исследовать несколько сколов, что усложняет сам эксперимент;
- если скол установлен не перпендикулярно электронному зонду, то изображение получается размытым.

В атомных силовых микроскопах щуп кантилевера с радиусом, соизмеримым с размером атома, при измерении позиционируется в окрестности действия атомных сил. Таким образом, область контакта между наконечником и поверхностью может быть в пределах размера атома. Величина усилия между наконечником и сканируемой поверхностью используется в качестве показателя местоположения щупа в процессе сканирования. Наконечник, который закрепляется на щупе, реагирует на величину этого усилия. По этой реакции наконечника определяются механические свойства поверхностей исследуемых объектов и их геометрия.

Поэтому точность работы кантилевера и острия щупа определяет достоверность регистрируемых результатов. То есть измерения могут происходить на уровне одного атома или его долей. И примеры тому уже появляются. Так испанские ученые из каталонского Исследовательского центра по нанонауке и нанотехнологиям сконструировали весы, способные взвесить один атом. Устройство представляет собой углеродную нанотрубку, натянутую подобно струне между двумя электродами. Если какая-то молекула прилипнет к нанотрубке, то частота ее колебаний изменится, и это изменение будет связано с весом молекулы. При комнатной температуре чувствительность прибора составляет 25 цептограмм (10^{-21} грамма), а в жидком гелии повышается до 1,4 цептограмма.

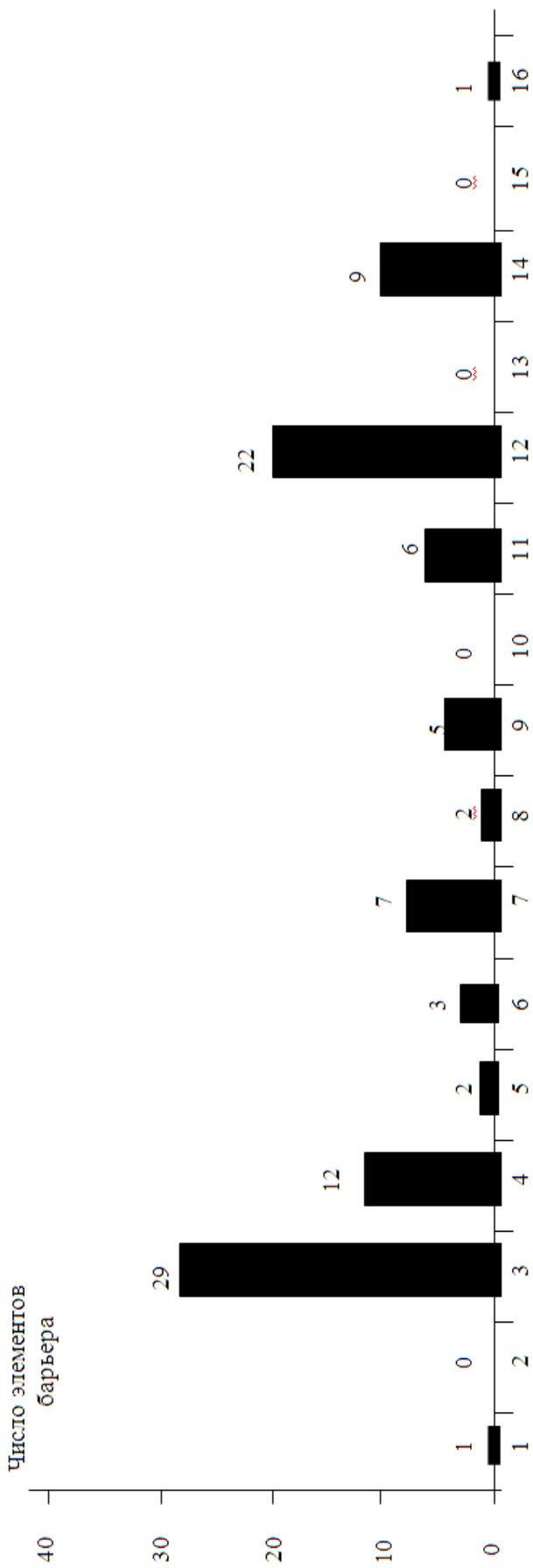


Рис. 5.11. Метрологические барьеры в сфере нанотехнологий:

1 – приемлемость; 2 – доступность; 3 – точность; 4 – сбор и корректировка данных; 5 – экологическая опасность; 6 – затраты; 7 – недостаток фундаментальных знаний; 8 – многозначность решений; 9 – отсутствие стандартов; 10 – неготовность к производству; 11 – надёжность; 12 – разрешающая способность; 13 – слабые потребности рынка; 14 – скорость (быстрота) реализации; 15 – уровень систематизации; 16 – трудозатраты

В принципе такой нанотрубкой можно измерить вес молекулы с точностью до атома. Однако ученые не хотят останавливаться на достигнутом и планируют в ближайшее время поднять чувствительность в тысячу раз, до 0,001 центограмма. Этого хватит для измерения веса отдельного нуклона. Таким прибором можно будет проводить тончайшие исследования, например проследить, как прицепившуюся к нанотрубке молекулу покидает атом водорода.

Решение проблемы суперпрецизионных измерений геометрических параметров наноструктур и наноперемещений открывает путь к технологиям XXI века, базирующимся на манипулировании отдельными атомами вещества. В первую очередь, это интегральная микроэлектроника, где уменьшение характерного размера одного элемента микросхемы в n раз ведет к возрастанию ее информационной емкости в n^5 - n^6 крат. Суперпрецизионное позиционирование, обеспечиваемое суперпрецизионным измерением перемещений, позволит довести характеристический размер элемента до 5 – 10 нм, что обеспечит создание интегральных схем сверхбольшой концентрации и сверхвысокого быстродействия на основе разнообразных эффектов туннелирования. Во-вторых, это геновая инженерия, где поэтапное манипулирование хромосомным набором путем измерения и управления прецизионным перемещением с заданной точностью наноманипулятора лежит в основе методов клонирования, генных методов трансплантологии, фармакологии, вирусологии и др. Метрологическое обеспечение суперпрецизионного позиционирования позволяет сделать прорыв по точности в оборонной, аэрокосмической, автомобильной, атомной промышленности, материаловедении, машино- и приборостроении, других отраслях промышленности, имеющих прямое отношение к национальной безопасности страны.

Сканирующие зондовые микроскопы нельзя в полной мере признать средствами измерений. Скорее, они являются средствами визуализации поверхностей. Соответственно, возникает задача создания на их базе приборов нового уровня, сочетающих в себе достоинства сканирующих микроскопов и возможность проводить с их помощью точные измерения. Для этого, очевидно, сканирующий микроскоп должен быть оборудован тремя шкалами по трем координатным осям. Практически, как правило, для этого применяются три интерферометра как измерители перемещений головки зонда. Возможны также другие варианты с использованием емкостных или

индукционных датчиков вместо интерферометров. К настоящему времени уже существуют такие работающие установки.

Сегодня недостаточно качественной визуальной информации о технологических процессах и научных исследованиях в нанометровом диапазоне. Необходима их количественная оценка, позволяющая обеспечить получение с требуемой точностью измерительной информации о заданных эксплуатационных показателях или результатах измерения и контроля параметров нанообъектов. Суперпрецизионные измерения – это неотъемлемая процедура современной нанотехнологии и nanoиндустрии. Произвести качественную продукцию нанотехнологии можно с такой точностью, с какой ее можно измерить. Поэтому любая нанотехнология или элемент nanoиндустрии требуют всеохватывающей метрологической поддержки для обеспечения с заданной точностью и достоверностью информации о производстве объектов нанотехнологий и об их эксплуатационных показателях, результатах измерения, контроля и исследования.

Манипуляции с отдельными атомами означают, что можно сконструировать искусственные структуры нанометровых размеров, используя отдельные атомы как кирпичики. Первое приложение, по-видимому, будет касаться хранения информации, ведь компьютерная память основана на том, что бит (единица информации) задается определенным состоянием элемента среды (магнитной, электрической, оптической), в которой записывается информация. Упрощенно говоря, элемент памяти показывает, включено что-то или выключено, присутствует что-либо или отсутствует и т.д. Исходя из этого, можно реализовать такую ситуацию на поверхности, когда 1 бит будет записан в виде скопления, например, 1000 атомов. Если такая память будет создана, все содержание библиотеки Конгресса США (а это громадное книгохранилище) уместится на одном диске диаметром 25 см. Для сравнения скажем, что лазерных компакт-дисков для этого потребовалось бы 250000 шт.

Номенклатура показателей, используемых в МО нанотехнологии и nanoиндустрии, включает понятия точности, воспроизводимости и разрешающей способности. Вместе с тем, основным показателем точности измерений является основная погрешность, т.е. погрешность средства измерений нанометрового диапазона, определяемая в нормальных условиях его применения. Наряду с этим, в настоящее время внедряется, в том числе и в область нанометрологии, понятие неопределенности измерений. Это необходимо для согласования (гармонизации) отечественных исследований с

зарубежными данными, где понятие неопределенности используется с 70 – 80 гг. прошлого века.

Укрупненно первоочередными в области нанометрологии можно считать следующие работы:

1. Анализ погрешностей, прецизионности и неопределенности результатов наноизмерений.
2. Обоснование использования в наноизмерениях неопределенностей по типу А и типу В.
3. Выбор методов вычисления суммарной стандартной неопределенности наноизмерений.
4. Разработка эффективных оценок неопределенности наноизмерений.
5. Обоснование (расчет) коэффициентов охвата при вычислении расширенной неопределенности наноизмерений.
6. Разработка точностных моделей межлабораторных сличений различных нанотехнологий.
7. Техничко-экономические принципы выбора средств измерения и контроля нанопроцессов.
8. МО диагностических операций в сфере нанотехнологий.
9. Точность и достоверность наноизмерений.
10. Менеджмент качества наноизмерений.
11. Аудит и сертификация качества наноразработок (нанотехнологий).
12. Разработка стандартов и количественных нормативов, регулирующих хранение, производство, использование и утилизацию наноматериалов (предельно допустимых концентраций, уровень загрязнения наночастицами, воспламеняемость).

Исследование аппаратного обеспечения наноизмерений ведущих метрологических центров мира позволяет сформулировать ряд принципов, которые должны быть положены в основу создания измерительно-технологического комплекса для обеспечения единства измерений параметров наноструктурированных объектов и материалов:

1. Повышение точности измерений эталонных установок за счет снижения воздействий внешних шумовых полей на прибор путем экранирования внешних полей и стабилизации параметров окружающей среды.
2. Повышение точности измерений параметров нанообъектов за счет снижения воздействия окружающей среды на нанообъект путем транспор-

та его в вакууме и снижения времени между созданием нанообъекта и регистрацией его параметров.

3. Получение информации о свойствах наноструктурированных материалов путем одновременного проведения комбинированных измерений, основанных на различных физических принципах, а также оказания различных видов воздействий в процессе проведения измерений.

4. Для исследования новых свойств наноструктурированных материалов, а также моделирования и создания различных стандартных образцов свойств, состава и структуры в комплекс должны входить установки, позволяющие проводить оперативное изготовление таких образцов.

Исследование рынка современных приборов и оборудования показало, что в области нанотехнологий имеется весьма незначительное количество коммерчески доступных образцов уникальных многофункциональных установок. Одной из немногих коммерчески доступных установок, позволяющих проводить создание и манипуляции с наноструктурами, а также измерение их параметров методами СЭМ и различными видами структурного анализа, является установка фирмы «Карл Цейс» (Германия) Gross Beam 1540.

Можно констатировать, что:

1. Метрологическое обеспечение нанотехнологий должно носить опережающий характер.

2. Метрологическое обеспечение нанотехнологий и нанопродукции – крайне дорогостоящее мероприятие.

3. Среди высококачественного измерительного оборудования для нанотехнологий мало оборудования, разработанного и изготовленного в России.

4. Переход к нанометрологии потребует значительного увеличения точности применяемых средств измерений (например, точность измерения длины должна возрасти в 10 – 50 раз).

5. Значительно усложняются условия, в которых необходимо будет проводить измерения. Большая часть измерений будет выполняться в условиях высокого вакуума и, как правило, совмещаться с самим технологическим процессом.

6. Потребуется создание новых государственных первичных и рабочих эталонов.

Кроме того, в России должна быть разработана система сертификации менеджмента качества и экологического менеджмента предприятий,

работающих в сфере наноиндустрии, с учетом специфики создания наноматериалов и нанотехнологий.

В целях обеспечения согласованных действий создан Координационный совет, возглавляемый министром образования и науки Российской Федерации. Для подготовки предложений по выполнению указанных мероприятий предусмотрена объединенная рабочая группа, состоящая из представителей Ростехрегулирования и Роснауки.

Окончательное формирование Российской системы стандартизации, обеспечения единства измерений, обеспечения безопасности и оценки соответствия конкурентоспособных нанотехнологий, наноматериалов и продукции наноиндустрии реально завершить в период до 2013 года с учетом реализации «Программы развития наноиндустрии в Российской Федерации до 2015 года».

В этот период должны отчетливо определиться приоритетные направления развития российской наноиндустрии, сформироваться производственно-территориальные кластеры, обеспечивающие создание, производство и продвижение на рынок высоких технологий конкурентоспособной продукции наноиндустрии. Это, в свою очередь, позволит создать необходимый эталонный комплекс, соответствующее контрольно-измерительное оборудование и сформировать необходимую нормативно-правовую и нормативно-техническую базу, отработать и обеспечить функционирование соответствующих механизмов оценки и подтверждения соответствия продукции наноиндустрии, обеспечить гармонизацию отечественных нормативных документов с международными требованиями.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица П1

Методы измерений и измеряемые свойства нанобъектов

№ пп	Название	Диапазон измерения	Изменяемые свойства	Примечания	Проблемы и потребности
1	2	3	4	5	6
1	Атомно-силовая микроскопия (АСМ)	По глубине 0,5 – 5 нм. Поперечная (боковая) разрешающая способность 0,2 – 130 нм	Топология, шероховатость и пластичность поверхности, размер зерна (гранулы), параметры трения, специфические молекулярные взаимодействия и магнитные свойства поверхности, суммарная плотность валентных электронных состояний на ферми-уровне на поверхности	Микроскопы могут работать в контактном, бесконтактном и точечном режимах. В контактном режиме используется четырёх-сегментный приемник излучения. В бесконтактном режиме накопительный зонд покрывается химическими веществами. В магнитно-силовом микроскопе во взаимодействии наконечника и образца преобладают магнитные и электростатические силы. Для определения силы магнитного взаимодействия применяются магнитные наконечники зондов с покрытием Si_3N_4 . В электросиловом микроскопе применяются металлические наконечники, а в магнито-оптическом – волоконно-оптические	В процессе освоения этих микроскопов при изучении наносистем и по мере совершенствования и модернизации самих приборов возможно определение других физических свойств материалов в «нанофазе» (например диэлектрических свойств кластеров с применением растровой емкостной микроскопии)
2	Растровая силовая микроскопия (РСМ)				
3	Растровая туннельная микроскопия сканирующая (СТМ)	По глубине 1 – 5 нм. Поперечная разрешающая способность 2 – 10 нм	3D-топология поверхности: размер, форма, шероховатость, дефекты, электронные структуры и локальные плотности состояний	Микроскоп может работать в двух режимах: постоянного тока и постоянной высоты (расстояние между щупом и поверхностью)	–

Продолжение табл. III

1	2	3	4	5	6
4	Растровая электронная микроскопия (РЭМ)	По глубине 1 нм – 5 мкм. Поперечная разрешающая способность 1 – 20 нм	Топография: особенности поверхности. Морфология: формы и размеры частиц. Состав (смесь): элементный состав образца. Кристаллографическая информация: группировка, расположение атомов	–	–
5	Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)	По глубине 200 нм. Поперечная разрешающая способность 2-20 нм	Морфология: размер и форма частиц. Кристаллографическая информация: определение дефектов атомных размеров. Состав (смесь): элементный состав образца, структура кристаллической решетки и ориентация образца. Направляемый на образец монохроматический пучок электронов предварительно пропускается сквозь электронно-оптическую систему, предельно сокращающую угол расходимости пучка. Затем пучок фокусируется на образце и, пройдя сквозь него, проецируется линзой в виде изображения на люминесцентном экране. Перед линзой-проектором поме-	Два режима работы: формирования изображений и дифракционный. В последнем случае для формирования дифракционной картины в задней фокальной плоскости экрана используется вставная промежуточная линза. В первом режиме используется техника электронной голографии, в результате чего получается истинное изображение всего объекта, а также количественная информация о структуре доменов и окружающих их полей. Для проведения микроанализа и изучения электронной структуры материалов используется техника спектроскопии с дисперсией энергии рентгеновского излучения и потерей энергии электронами	Высокая пространственная разрешающая способность чрезвычайно важна для решения многих практических задач при исследовании наноматериалов. Однако разрешающую способность при формировании изображений ограничивает влияние промежуточных и проекционных линз

6	Растровая просвечивающая электронная микроскопия (РПЭМ)	По глубине 200 нм. Поперечная разрешающая способность 2-20 нм	пцаются металлические диафрагмы, ограничивающие требуемые размеры изображения	Три режима: формирования изображений, дифракции, спектроскопии. Во всех режимах необходима разноразмерная спектроскопическая и микроскопическая техника. С помощью электронной оптического объектива формируются тонкий зондирующий пучок электронов, сильно ослабленной интенсивности по сравнению с исходной интенсивностью источника. Сканирование образца осуществляется двухразмерным растром. Сигналы, полученные от образца, регистрируются подводящими для этой цели приемниками	Для изучения фундаментальных свойств материалов в пределах нано- и субнанометровой шкалы необходимо использовать корректоров и монохроматоров. Есть основания полагать, что применение сверхскоростных компьютеров, усовершенствованных систем обработки информации и алгоритмов анализа изображений обеспечит получение важнейших статистических данных об изучаемых объектах
---	---	---	---	--	--

Продолжение табл. III

1	2	3	4	5	6
7	<p>Растровая сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия (СОМП)</p>	<p>Разрешающая способность 50 – 100 нм</p>	<p>Химические особенности и информация об ориентации</p>	<p>Фотонная растровая туннельная микроскопия – операции с непокрытыми образцами позволяют реализовать разрешение до 20 нм. Поперечная силовая микроскопия: волоконный зонд прикрепляется к пьезоэлектрическому элементу, приводящему к быстрому колебанию зонда параллельно поверхности. Амплитуда колебаний уменьшается по мере приближения зонда к поверхности. Ее изменение преобразуется в информацию о расстоянии. Кроме того, существуют оптические микроскопы с иммерсионной линзой в твердое тело. Это позволяет сместить дифракционный предел и формировать изображение в ближнепольном режиме в вертикальном направлении</p>	<p>В идеальном случае желательны, чтобы зонд имел молекулярные размеры. Однако обычно зонд имеет макроскопические размеры с острием, заканчивающимся наноразмерной вершиной. Кроме того, проблематичным остается изготовление излучателя и приемника в диапазоне наноразмеров</p>
8	<p>Спектроскопия электронных энергетических потерь (СЭЭП)</p>	<p>По глубине <200 нм. Поперечная разрешающая способность 1 – 100 нм</p>	<p>Химический состав образца, электронные структуры материалов, границы кристаллов и пограничные эффекты</p>	<p>При прохождении электронов сквозь образец материала часть из них взаимодействует с образцом и теряет энергию, а часть проходит без взаимодействия. Количество потерянной энергии зависит от спецификации атома, взаимодействующего с электронами. По измеренным потерям энергии можно определить количество и вид атомов, содержа-</p>	<p>Проблемой количественной оценки является низкое значение отношения пика сигнала к фону</p>

9	Рентгеновская спектроскопия с дисперсией энергии (РСД)	0,1 мкм для тяжелых атомов и 1 мкм для легких элементов	Концентрация каждого элемента в образце, идентификация осадков в сплавах, активные фазы в тяжелых катализаторах, разделение элементов на границах зерен	РСД наиболее подходяща для обнаружения элементов с большими атомными номерами, в то время как СЭЭП наиболее подходяща для элементов с малыми атомными номерами. Элементы с номерами меньше, чем у углерода, обычно не обнаруживаются	Исследуя структуру спектра, можно также определить химическое состояние атомов	Низкое отношение сигнал – шум часто оказывается проблемой при проведении количественного анализа. Падающий на образец пучок электронов приводит к его возбуждению и генерации регистрируемого рентгеновского излучения. Анализ подложат пики в спектре этого излучения
10	Рентгеновская абсорбционная спектроскопия (РАС)	По глубине нанометры – микрометры	Структурная информация (границы, координационные числа)	Имеется возможность грубого деления спектра поглощения на две области: ближняя к краю полосы поглощения и протяженная тонкая структура спектра поглощения. В первой из них имеет место множественное рассеяние и наличие информации о симметрии и химических состояниях. Во второй области преобладают процессы одиночного рассеяния и наличествует структурная информация (координацион-	При использовании спектра поглощения сочетание более интенсивных источников рентгеновского излучения с оптимизированными измерительными установками при низких температурах позволяют получать дополнительную информацию в диапазоне высоких	

Продолжение табл. III

1	2	3	4	5	6
				<p>ные числа и межатомные расстояния). Исследования методами РАС проще и доступнее в области спектра поглощения</p>	<p>$k \left(> 16 \text{ \AA} \right)$, а также выполнять теоретические и экспериментальные исследования биологических систем. Используется эффект изменения коэффициента поглощения материала в зависимости от энергии фотонов. При прохождении рентгеновского монохроматического пучка сквозь материал его интенсивность уменьшается из-за различных процессов (рассеяния, поглощения и пр.)</p>
II	Спектроскопия одиночной молекулы	–	Индивидуальные функциональные характеристики молекулярных систем: перенос возбуждения, разделение заряда, флуоресцентные взаимодействия	Необходимо наличие лишь одной молекулы в объеме, освещаемом (облучаемом) источником. Это позволяет наблюдать явления, недоступные при анализе молекулярных соединений: блин-кинг, спектральную диффузию	–

12	Электронная оже-спектро-скопия (ЭОС)	По глубине 0,3–3 нм; по пространственной разрешающей способности ≈ 30 нм	Химический анализ: состав поверхностных слоев образца, атомных уровней	Не обнаруживается водород или гелий, но зато обнаруживаются все другие элементы; наибольшая чувствительность по отношению к элементам с малыми атомными номерами	Пучок электронов направляется на образец, что приводит к их эжекции (выбросу, высвобождению) с основных уровней. Электроны с верхних уровней могут переходить на нижние уровни. В результате высвобождается энергия в виде рентгеновского излучения или высвобождаемых оже-электронов. Измерению поддежит энергия оже-электронов
13	Поляризованная спектроскопия	–	Ориентация направлений переходов возбуждения и эмиссии, а также дипольных моментов	Относится к области дальней микроскопии	–
14	Рамановская спектроскопия (раман-спектроскопия)	–	Химическая информация: концентрация примесей, колебательные процессы	Должна изменяться поляризуемость молекулы в процессе ее колебаний, в противном случае рамановское рассеяние не связано с колебательным процессом	–
15	Фотоэлектронная рентгеновская спектроскопия (ФРС) или электрон-	По глубине 0,5 – 10 нм, пространственная разрешающая способность 5 нм – 50 мкм	Химические элементы на поверхности, исследования ядерных уровней	Пригодна для легких атомов. Энергия рентгеновских пучков должна находиться в диапазоне 200 – 2000 эВ	–

Окончание табл. III

1	2	3	4	5	6
16	Масс-спектрометрия вторичных ионов	Несколько атомных слоев толщиной 1 – 3 нм	Состав в приповерхностных областях материала; концентрация примесей	Образец подвергается бомбардировке высокоэнергетическим пучком ионов, в результате чего происходит их рассеяние (распыление) образцом (вторичные ионы). Вторичные ионы собираются и диспергируются масс-спектрометром. Анализ производится по уровням энергии и соотношениям масс к зарядам	SIMS является деструктивным методом, поскольку взаимодействие несущих энергию частиц с атомами, обладающими различной эффективностью рассеяния, приводит к изменениям химического состава вблизи поверхности
17	Ядерный магнитный резонанс (ЯМР)	–	Магнитные свойства ядер; идентификация отдельных атомов в чистой молекуле и композиционный анализ неизвестных материалов; релаксация, подвижность и структура взаимодействующих молекул в исследуемых наносистемах	Единственный способ получения подробной информации о точной трехмерной структуре биологических молекул в растворе. Основан на избирательном поглощении веществом электромагнитной энергии радиочастотного диапазона, обусловленного переориентацией магнитных моментов атомных ядер, помещенных в магнитное поле. Наблюдается в случае, когда на образец действуют два взаимно перпендикулярных магнитных поля: сильное постоянное и слабое переменное с частотой $10^6 - 10^8$ Гц	Недостаток – низкая обнаружительная способность, требующая сравнительно крупных размеров испытуемых образцов

18	Мёссбауэровская спектроскопия	–	Химические, структурные, магнитные и зависящие от времени свойства	Для обеспечения поглощения гамма-излучения частицы должны обладать достаточной энергией, но вместе с тем эта энергия должна быть относительно низкой. В результате мёссбауэровская спектроскопия эффективна для небольшой группы атомов, на которых и проводятся в основном исследования: ^{57}Fe , ^{129}I , ^{119}Sn и ^{121}Sb . Наиболее популярен ^{57}Fe	Базируется на эффекте Мёссбауэра, т.е. на испускании γ -квантов атомными ядрами твердого тела, не сопровождаемом излучением или поглощением фоонов и поэтому имеющем исключительно малую ширину линий (10^{-5} – 10^{-10} эВ). Источник гамма-излучения направляет пучок, проходящий сквозь образец, а приемник регистрирует частоты излучения, поглощенного и прошедшего мимо ядер атомов образца
19	Емкостная спектроскопия	–	Накопление и сохранение заряда	Регистрируется напряжение смещения в координатах зависимостей $C - V$ (емкость – напряжение) и преобразуется в значение заряда, накопленного нанокристаллами	–

Параметры атомно-силовых микроскопов*
 («Фотоника» № 5, 2007, с. 18)

VEECO Модель Multimod 5	Размер скана	125 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: PhI, LFM, MFM, FDM, FVM, SCM, EAFM, CAFM, RAFM, FFM, STM, ECAFM, TUNA, PFS и нанолитография
VEECO Модель Caliber	Размер скана	90 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, а также: PhI, LFM, MFM, FMM, EFM, FDM, нанолитография
Asylum Research	Размер скана	90×90×16 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: PhI, FDM, нанолитография, наноманипуляции
NT-MDT Модель Solver-Pro-M	Размер скана	3×3×2, мкм, 10×10×4 мкм или 50×50×5 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: PhI, LFM, MFM, FMM, EFM, FDM, STM, нанолитография
NT-MDT Модель Smena	Размер скана	100×100×5 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: PhI, LFM, MFM, FMM, EFM, FDM, STM, нанолитография
ЦПТ Модель FemtoScan 001	Размер скана	15 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: PhI, LFM, MFM, FMM, EFM, FDM, STM, нанолитография
«Наноиндустрия» Модель «Умка»	Размер скана	5 мкм
	Режимы сканирования	STM, нанолитография
Agilent Модель 5100	Размер скана	9×9×2 мкм или 90×90×8 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: LFM, STM, MAC, AAFM, CSAFM

PSIA	Размер скана	50×50×12 мкм или 100×100×12 мкм
Модель XE-100	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: PhI, LFM, MFM, FMM, EFM/DC-EFM, FDM, NSOM, SCM, SSRM, STM, SThM, нанолитография (возможен нагрев и охлаждение)
	Размер скана	100×100×20 мкм
Модель Alpha 300A	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, а также: PhI, MFM, нанолитография, наноманипуляция (возможен нагрев и охлаждение)
	Размер скана	50×50×2,7 // 200×200×15 мкм
Модели DS 95-50// DS 95-200	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, а также: LFM, MFM, EFM, AFM AC, AFM DC
	Размер скана	40×40×4; 80×80×8; 200×200×10 // 25×25×8; 40×40×4; 80×80×8 мкм
Модели Q-Scope// USPM	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: LFM, MFM, EFM, FDS, STM, CAFM (возможен нагрев до 250° C)
	Размер скана	6×6×1 мкм
Omicron	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, а также: LFM, MFM, EFM, AFM/STM-визуализация (возможен нагрев до 150° C)

*Примечание: Список сокращений к табл. П2.

- AAFM** - Acoustic AFM – акустический режим силовой микроскопии
- AFM** - Atomic Force Microscope – атомно-силовой микроскоп (АСМ)
- AFM** - Atomic Force Microscope Alternating Current - резонансная атомно-силовая микроскопия
- AFM** - Atomic Force Microscope Direct Current – контактная атомно-силовая микроскопия
- CSAFM** - Current Sensing – АСМ с дополнительным измерением токов
- DC EFM** - Direct Current Electric Force Microscopy – электрическая силовая микроскопия на постоянном токе
- EAFM** - Electric AFM – электрический режим атомно-силовой микроскопии
- ECSAFM** - Electrochemical Microscopy – электрохимическая микроскопия

DC	ная атомно-силовая микроскопия		АСМ
AmI	- Amplitude Imaging – режим визуализации амплитуды колебаний кантилевера	EFM	- Electric Force Microscope - электростатическая силовая микроскопия
SAFM	- Conductance AFM – атомно-силовая микроскопия проводимости	FDM	- Force-Distance Measurements – измерение силовых кривых
CM	- Contact Mode – контактный режим	FDS	- Force-Distance Spectroscopy – силовая спектроскопия
FVM	- Force-Volume Measurements – измерение массива силовых кривых	FMM	- Force Modulation Microscopy – модуляционная силовая микроскопия
LFM	- Lateral Force Microscope – микроскопия сил трения	SPM	- Scanning Probe Microscope – сканирующая зондовая микроскопия
MAC	- Magnetic Alternating Current AFM – резонансный режим с магнитным возбуждением	SPM	- Surface Potential Microscope – микроскопия поверхностного потенциала
MFM	- Magnetic Force Microscope – магнитная силовая микроскопия	SSPM	- Scanning Spreading Resistance Microscope - сканирующая микроскопия сопротивления растекания
NSOM	- Near Field Optical Microscope – сканирующей оптический микроскоп ближнего поля	SThM	- Scanning Thermal Mode – сканирующая микроскопия теплопроводности
PFS	- Picoforce Spectroscopy – силовая спектроскопия в диапазоне пико Ньютонов (nN)	STM	- Scanning Tunnel Microscope – сканирующая туннельная микроскопия
Phi	- Phase Imaging – режим визуализации фазы колебаний кантилевера	TM	- Tapping Mode – полуконтактный/резонансный режим
RAFM	- Resistance AFM – резистивный режим силовой микроскопии	TUNA	- Tunneling AFM – туннельная атомно-силовая микроскопия
SCM	- Scanning Capacitance Microscope – сканирующая емкостная микроскопия	VEECO	- Vacuum Electronic Equipment Company - компания вакуумного электронного оборудования

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Тодуа, П. А. Российские нанотехнологии. Т.2. № 1 – 2, М. : Ростехрегулирование, 2007. – С. 61 – 69.
2. РМГ 29-99 «ГСИ. Метрология. Основные термины и определения».
3. Троян, В. И. Метрология и стандарты в области нанотехнологий / В. И. Троян [и др.] // Измерительная техника. – 2008. – № 9. – С. 45 – 47.
4. Окрепилов, В. В. Стандартизация и метрология в нанотехнологиях. – СПб. : Наука, 2008. – 260 с.
5. Состояние и тенденции развития европейской нанотехнологии. Материалы «NANOFORUM 8». М. : Ростехрегулирование. ВНИИОФИ, 2008. 121 с.
6. Тодуа, П. А. Метрологическое обеспечение, стандартизация и оценка соответствия нанотехнологий и нанопродукции / П. А. Тодуа. – М. : Ростехрегулирование, 2007.
7. Коровин, А. Н. Современные принципы технического регулирования в метрологии / А. Н. Коровин [и др.]. – Владимир: Полипринт, 2007. – 178 с.
8. ГОСТ Р 8.628-2007. ГСИ. Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления.
9. ГОСТ Р 8.629-2007. ГСИ. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элемента. Методика поверки.
10. ГОСТ Р 8.630-2007. ГСИ. Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые измерительные. Методика поверки.
11. ГОСТ Р 8.631-2007. ГСИ. Микроскопы электронные растровые измерительные. Методика поверки.
12. ГОСТ Р 8.635-2007. ГСИ. Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые. Методика калибровки.
13. ГОСТ Р 8.636-2007. ГСИ. Микроскопы электронные растровые. Методика калибровки.
14. ГОСТ Р 8.644-2008. ГСИ. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика калибровки.
15. Новиков, Ю. А. Точность измерения линейных размеров на растровых электронных микроскопах / Ю. А. Новиков [и др.] // Измерительная техника. – 2008. – № 6. – С.15 – 18.

16. Волк, Ч. П. Измерение линейных размеров рельефных элементов микро- и наноструктур на высоко- и низковольтных растровых электронных микроскопах / И. П. Волк [и др.] // Измерительная техника. – 2009. – № 1. – С. 15 – 17
17. Новиков, Ю. А. и др. // Труды ИОФАН. – 1998. – т.55.
18. Токарева, И. П. Измерение длин волн лазеров на переходе 0,63 мкм / И. П. Токарева, Ю. Д. Коломников // Измерительная техника. – 1985. – № 8. – С. 30.
19. Соловьев, В. С. Анализ погрешностей метода измерения длин волн и частот лазеров / В. С. Соловьев, В. М. Смулаковский // Измерительная техника. – 1977. – № 10. – С. 37-38.
20. Аммосов, Р. М. Количественная оценка разрешающей способности растрового электронного микроскопа / Р. М. Аммосов [и др.] // Измерительная техника. – 1987. – № 2. – С. 22 – 23.
21. Борисовский, С. П. Измерение стабильности / С. П. Борисовский [и др.] // Измерительная техника. – 1977. – № 8. – С. 45 – 47.
22. Новиков, Ю. А. Прямое измерение ширины линии на атомно-силовом микроскопе / Ю. А. Новиков [и др.] // Измерительная техника. – 2008. – № 5. – С. 10 – 12.
23. Раков, А. В. Измерение линейности сканирования в атомно-силовом микроскопе / А. В. Раков [и др.] // Измерительная техника. – 2008. – № 6. – С. 12 – 14.
24. Абросимов, Д. М. Измерение расходимости импульсного лазерного излучения методом фокального пятна с применением зеркального клина / Д. М. Абросимов [и др.] // Измерительная техника. – 1982. – № 11. – С. 30 – 32.
25. Походун, А. И. Экспериментальные методы исследований, погрешности и неопределенность измерений: учебное пособие / А. И. Походун. – Спб.: СПбГУ НТМО, 2006.
26. Кононогов, С. А. Исследование измерительных и калибровочных возможностей средств измерений нанометрового диапазона / С. А. Кононогов [и др.] // Законодательная и прикладная метрология. – 2008. – № 3. – С. 19 – 25.
27. Тодуа, П. А. Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и наноиндустрии / П. А. Тодуа // Измерительная техника. – 2008. – № 5. – С. 5 – 7.

28. РМГ 43-2001. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений».
29. Лукашов, Ю. Е. Место и роль поверки и калибровки / Ю. Е. Лукашов // Главный метролог. – 2006, 3 1 и № 2.
30. Р РСК 002-06. Основные требования к методикам калибровки, применяемым в Российской системе калибровки. М. : 2006.
31. ПР 50.2.006-94. ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений.
32. Данилова, М. А. Тест-объект с шириной 10 нм для растровой электронной микроскопии / М. А. Данилова [и др.] // Измерительная техника. – 2008. – № 8. – С. 20 – 23.
33. Новиков, Ю. А, Классификация тест-объектов для калибровки растровых электронных микроскопов в нанометровом диапазоне / Ю. А. Новиков [и др.] // Измерительная техника. – 2009. – № 2. – С. 23 – 25.
34. Волк, Ч. П. Калибровка растрового электронного микроскопа по двум координатам с использованием одного аттестованного размера / Ч. П. Волк [и др.] // Измерительная техника. – 2008. – № 6. – С. 18 – 20.
35. «Соглашение о взаимном признании результатов государственных испытаний и утверждения типа, метрологической аттестации, поверки и калибровки средств измерений, а также результатов аккредитации лабораторий, осуществляющих испытания, поверку и калибровку средств измерений» (от 13 марта 1992 г.).
36. ПМГ 06-2001 «Порядок признания результатов испытаний и утверждения типа, поверки, метрологической аттестации средств измерений».
37. Раков, А. И. Калибровка АСМ по трем координатам с использованием одного аттестованного размера / А. И. Раков [и др.] // Измерительная техника. – 2008. – № 5. – С. 13 – 15.
38. Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В. Л. Миронов – Н. Новгород, ИФМ РАН. – 2004.
39. Новиков, Ю. А. Нанотехнология и нанометрология / Ю. А. Новиков [и др.]. – М. : Труды ИОФ РАН – т. 62. – 2006.
40. Лахов, В. И. Метрологическое обеспечение, стандартизация и оценка соответствия нанотехнологий / В. И. Лахов // «Компетентность». – 2008. – № 2. – С. 1012.
41. Тодуа, П. А. Метрологическое обеспечение измерений длины в микрометровом и нанометровом диапазонах и их внедрение в микроэлектронике и нанотехнологию. Ч. 3 / П. А. Тодуа [и др.] // Микросистемная

- техника. – 2004. – № 3. – С. 25 – 32.
42. Красовский, П. А. Проблемы метрологического обеспечения измерения параметров наночастиц в технологических средах / П. А. Красовский [и др.] // Измерительная техника. – 2009. – № 5. – С. 8 – 14.
43. Кузин, А. Ю. Исследование характеристик кантилеверов АСМ / А. Ю. Кузин [и др.] // Измерительная техника. – 2009. – № 7. – С. 17 – 19.
44. Волк, Ч. П. Изображение тест-объекта ширины линий в РЭМ при разных энергиях электронов зонда / Ч. П. Волк [и др.] // Измерительная техника. – 2009. – № 7. – С. 20 – 22.

Учебное издание

СЕРГЕЕВ Алексей Георгиевич

ВВЕДЕНИЕ В НАНОМЕТРОЛОГИЮ

Учебное пособие

Подписано в печать 27.01.10.

Формат 60x84/16. Усл. печ. л. 17,2. Тираж 100 экз

Заказ

Издательство

Владимирского государственного университета

600000, Владимир, ул. Горького, 87.