

Способ оценки стабильности масштабного коэффициента просвечивающего электронного микроскопа

А. В. ЗАБЛОЦКИЙ*, А. С. АВИЛОВ**, Д. С. БОДУНОВ***, А. А. КУЗИН*,
А. Ю. КУЗИН***, А. А. КУЗЬМИН*, П. А. ТОДУА***

* Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия,
e-mail: zalexh@gmail.com

** Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова РАН, Москва, Россия

*** Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума,
Москва, Россия

Предложен способ оценки стабильности масштабного коэффициента просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 при помощи тест-объекта, выполненного в виде тонкого среза кристаллической рельефной наноструктуры с известной формой профиля. Представлены результаты экспериментальной оценки за двух-недельный период.

Ключевые слова: просвечивающий электронный микроскоп, масштабный коэффициент, кристаллическая рельефная наноструктура.

The method of transmission electron microscope JEM-2100 scale factor stability estimation by means of a test-object made of a thin section of crystalline silicon relief nanostructure with known profile shape is suggested. The results of experimental estimation obtained over two week period are presented.

Key words: transmission electron microscope, scale factor, crystalline relief nanostructure.

Просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) — один из наиболее востребованных инструментов для измерений размеров наноструктурированных объектов в нано- и субнанометровом диапазонах. Конструктивная сложность электронной оптики такого микроскопа приводит к погрешности измерений до $\pm 10\%$ [1]. При высокоточных измерениях необходимы, во-первых, тщательная юстировка и калибровка (определение действительных значений характеристик) ПЭМ, а во-вторых, оценка стабильности (сохранения показателей) точностных характеристик используемого микроскопа в течение времени после калибровки. Одним из основных параметров ПЭМ является масштабный коэффициент — отношение линейных размеров полученного в ПЭМ изображения и соответствующего элемента объекта, зависящий от различных характеристик прибора (юстировки линз, значения ускоряющего напряжения, дрейфа кристаллодержателя и др.).

В данной работе предложен и апробирован на ПЭМ JEM-2100 способ оценки стабильности масштабного коэффициента, заключающийся в статистическом анализе результатов измерений, проведенных с использованием специального тест-объекта в виде тонкого (около 50 нм) среза кристаллической рельефной наноструктуры из монокристаллического кремния с известной геометрической формой профиля [2, 3].

Способ оценки стабильности масштабного коэффициента ПЭМ. Предлагаемый способ основан на измерениях в течение заданного отрезка времени линейных размеров рельефных элементов тест-объекта, которые считают постоянными в период исследования и при статистическом анализе полученных результатов. Исследования можно проводить для разных отрезков времени: среднесрочных — несколько недель, долгосрочных — от одного месяца до не-

скольких лет. Ниже приведен общий для любых интервалов времени алгоритм оценки стабильности масштабного коэффициента. Важно, что эксперимент следует проводить при одинаковых условиях и при одних и тех же значениях увеличения микроскопа. Конструктивная особенность применяемого тест-объекта [2, 3] обеспечивает возможность оценки в широком диапазоне увеличений¹ 4000—1500000 $\times$.

При проведении исследований увеличения микроскопа разделили на три вида:

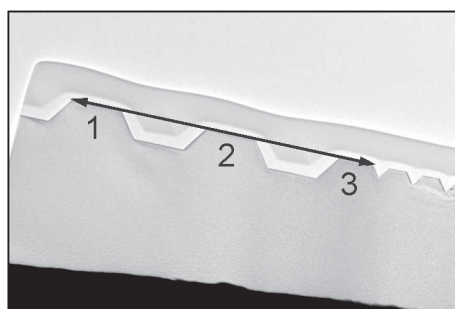
малые, при которых на изображении целиком помещается не менее двух верхних оснований рельефных элементов тест-объекта (соответствуют номинальным значениям увеличения до 40000 $\times$);

средние — на изображении целиком помещается лишь одно верхнее основание элемента тест-объекта (диапазон номинальных значений увеличения 40000—250000 $\times$);

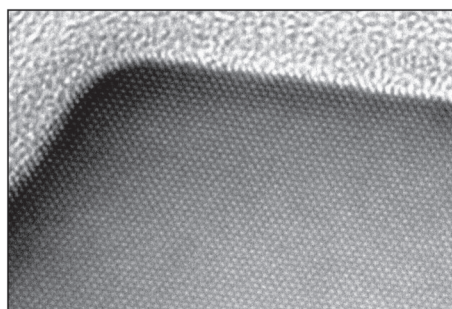
большие — видна кристаллическая решетка тест-объекта (диапазон номинальных значений увеличения от 250000 $\times$ и выше).

Предложенный алгоритм позволяет оценить стабильность масштабного коэффициента для любого увеличения. При малых увеличениях микроскопа измеряемым линейным размером на изображении является расстояние между вершинами углов при верхних основаниях элементов (рис. 1, а), при средних — длина верхнего основания элемента тест-объекта, а при больших — межплоскостное расстояние в монокристаллическом кремнии, из которого выполнен тест-объект (рис. 1, б). При этом для определения

¹ Номинальное значение увеличения микроскопа может отличаться от действительного. Проводить оценку можно, используя как одно, так и другое понятия. Авторы статьи использовали номинальное значение.



а



б

Рис. 1. Изображение тест-объекта при номинальных значениях увеличения $4000\times$ (а) и $500000\times$ (б); 1—3 — элементы тест-объекта; стрелкой обозначено расстояние между противоположными вершинами первого и третьего элементов

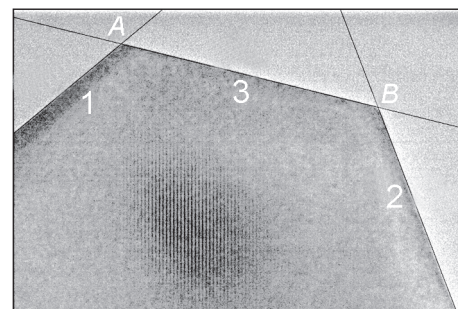


Рис. 2. Алгоритм измерений размера верхнего основания элемента тест-объекта

этого размера рекомендовано использовать алгоритм (рис. 2): на изображении выступа проводят прямую 1 вдоль одной боковой грани выступа, прямую 2 вдоль второй боковой грани и прямую 3 вдоль верхнего основания выступа; на пересечениях прямых 1 и 3 отмечают точку А, прямых 2 и 3 — точку В; искомый размер верхнего основания принимают равным расстоянию АВ.

Алгоритм оценки стабильности заключается в следующем. Проводят множество краткосрочных (длительностью менее одного часа) серий измерений линейных размеров тест-объекта. В каждой серии одинаковое, не менее пяти, количество измерений. Перед каждым измерением юстируют оптическую систему микроскопа и выставляют положение образца. Количество серий и интервалы между ними зависят от длительности всего эксперимента. Предполагается, что в течение краткосрочного отрезка времени изменение масштабного коэффициента незначительно по сравнению с его изменением на средне- и долгосрочных отрезках.

По результатам измерений в каждой серии рассчитывается среднее значение X_i исследуемого линейного размера и среднее квадратическое отклонение (СКО) S_i среднего значения. По окончании эксперимента определяют среднее значение исследуемого линейного размера X , как среднее всех значений X_i , и СКО S результата измерений X .

Суммарная погрешность измерений ПЭМ обусловлена не только погрешностью, вносимой нестабильностью масштабного коэффициента, но и многими другими, например, погрешностями, связанными с работой оператора и конечным размером пиксела ПЗС-камеры микроскопа. Поэтому при оценке вклада нестабильности масштабного коэффициента в общую погрешность измерений следует проверять, что все значения S_i , полученные при краткосрочных сериях измерений, много меньше S , вычисленного по результатам всего эксперимента, т. е. $S_i/S \ll 1$. Если данное условие не выполняется, то делают вывод, что изменение масштабного коэффициента ПЭМ с течением времени не оказывает значительного влияния на точность измерений.

Вычислим нестабильность масштабного коэффициента ПЭМ. В каждой серии найдем среднее значение измеренного линейного характерного размера X_n элемента тест-объекта:

$$X_n = \sum_{m=1}^M X_{mn} / M,$$

где n, m — порядковый номер серии измерений и измерения внутри нее, соответственно; M — количество измерений в серии; X_{mn} — результат m -го измерения в n -й серии.

Среднее значение измеряемого линейного размера X за все время оценки определим как

$$X = \sum_{n=1}^N \sum_{m=1}^M X_{mn} / MN,$$

где N — количество серий измерений.

Для расчета значения величины St , характеризующей нестабильность масштабного коэффициента при заданном увеличении, найдем значения St_n , каждое из которых равно отношению абсолютного отклонения измеренного в n -й серии характерного размера X_n от среднего значения линейного размера X за все время оценки к линейному размеру:

$$St_n = \left| \frac{X - X_n}{X} \right|, \quad n \in \overline{1, N};$$

$$St = \sum_{n=1}^N St_n / N.$$

Результаты эксперимента. Предложенный способ использовали для оценки стабильности масштабного коэффициента ПЭМ JEM-2100. Эксперимент проводили для трех значений увеличения микроскопа ($4000\times$; $80000\times$; $500000\times$) в течение среднесрочного отрезка времени — двух недель. Каждая краткосрочная серия состояла из пяти измерений и длилась не более 20 мин. При увеличении $4000\times$ измеряли расстояние между противоположными вершинами первого и третьего элементов тест-объекта (см. рис. 1, а); при увеличении $80000\times$ — размер верхнего основания одного из элементов (см. рис. 2); при увеличении $500000\times$ — удвоенное межплоскостное расстояние вдоль плоскости верхнего основания элемента тест-объекта. Интервал между сериями измерений составлял в среднем около суток. Результаты приведены в таблице.

Результаты оценки стабильности масштабного коэффициента ПЭМ JEM-2100

Величина	Увеличение, $\times$		
	500000	80000	4000
X , нм	0,384	256	4780
St , %	0,8	0,7	0,4

Из экспериментальных результатов следует, что погрешность измерений, связанная с нестабильностью масштабного коэффициента в исследованном микроскопе, на среднесрочном отрезке времени оказывает наибольшее влияние на точность измерений линейных размеров при больших увеличениях. Однако влияние данной составляющей погрешности на суммарную погрешность измерений убывает с уменьшением увеличения микроскопа.

Результаты экспериментальной проверки предложенного способа свидетельствуют о том, что для исследованного микроскопа JEM-2100 влияние нестабильности масштабного коэффициента на погрешность измерений линейных размеров убывает с уменьшением увеличения микроскопа.

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования МФТИ при поддержке Министерства образования и науки РФ (государственный контракт № 16.552.11.7022).

Литература

1. Williams D. B., Carter C. B. Transmission Electron Microscopy: A textbook for Materials Science. N. Y.: Springer, 2009.
2. Filippov M. N. e. a. Reference material for transmission electron microscope calibration // Meas. Sci. Technol. 2011. V. 22. N 9. P. 094014—094019.
3. Бодунов Д. С. и др. Стандартный образец для калибровки просвечивающих электронных микроскопов // Измерительная техника. 2012. № 10. С. 16—18; Bodunov D. S. e. a. Standard sample for calibration of transmission electron microscopes nanometrology // Measurement Techniques. 2012. V. 55. N 10. P. 1137—1140.

Дата принятия 15.11.2012 г.

ОПТИКО-ФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

535.417:53.082.54

О латеральном разрешении интерференционного микроскопа

Г. Г. ЛЕВИН, Г. Н. ВИШНЯКОВ, Н. Н. МОИСЕЕВ, В. Л. МИНАЕВ

Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений,
Москва, Россия, e-mail: moiseev@vniiofi.ru

Дано описание измерений пространственного разрешения (разрешающей способности) автоматизированного интерференционного микроскопа, созданного на основе микроинтерферометра Линника МИИ-4М. Проведено сравнение полученных результатов и аналогичных значений, рассчитанных для традиционных оптических изображений, описываемых теорией Аббе. Подтверждена возможность преодоления дифракционного предела разрешения при помощи интерференционного микроскопа.

Ключевые слова: интерференционный микроскоп, оптическое разрешение, фазовая ступенька.

The description of spatial resolution measurements of automated interference microscope based on Linnik microinterferometer MII-4M is given. A comparison of obtained results with similar values calculated for conventional optical images described by the Abbe theory is carried out. The possibility to overcome the diffraction limit of resolution by means of interference microscope is proved.

Key words: interference microscope, optical resolution, phase step.

Интерференционная (или фазовая) микроскопия — мощный метод проведения высокоточного трехмерного анализа структуры поверхности различных объектов, оптических параметров нанообъектов и тонких пленок, изготовленных из разных материалов, а также живых клеток. Современные фазовые микроскопы обладают в продольном (аксиальном) направлении чрезвычайно высоким разрешением, измеряемым долями нанометра. В поперечном (латеральном) направлении разрешение оценивается специалистами на уровне, характерном для традиционных оптических микроскопов, т. е. на уровне дифракционного предела Аббе.

Задача повышения латерального разрешения до преодоления дифракционного предела является одной из глав-

ных проблем современной оптической микроскопии, в том числе и фазовой. Данную задачу решают разными способами. Наибольший прогресс достигнут в разработке флуоресцентных оптических методов, часть из которых основана на оптической интерференции [1]. Эти методы позволяют из изображений с обычным разрешением восстанавливать изображения с наномасштабным разрешением, в основном, благодаря применению специальной математической обработки. Флуоресцентные методы широко используются в биологии для исследования внутриклеточных структур. В работе [2] предложен принципиально другой метод, позволяющий при помощи традиционного оптического микроскопа фиксировать наномасштабные изменения размеров объектов в результате измерения распределения поля, от-