

ций, обуславливается требованиями технического задания. На основе выбранного «базиса» можно сформировать напряжения, подаваемые на рабочий и опорный элементы датчика для разделения каналов преобразования, а система координат, созданная функциями выбранной базисной системы, обеспечит выделение из напряжения активного преобразователя составляющих, пропорциональных емкостям рабочего и опорного конденсаторов датчика, отношение которых пропорционально преобразуемому измерительной цепью параметру независимо ни от идеальности активного преобразователя, ни от параметров соединительного кабеля.

Л и т е р а т у р а

1. **Бромберг Э. М., Куликовский К. Л.** Тестовые методы повышения точности. М.: Энергия, 1976.
2. **Арбузов В. П.** Структурные методы повышения точности измерительных цепей емкостных и индуктивных датчиков. Пенза: Инф.-изд. центр Пенз. гос. ун-та, 2008.
3. **Скрипник Ю. А.** Повышение точности измерительных устройств. Киев: Техника, 1976.

Дата принятия 01.12.2011 г.

НАНОМЕТРОЛОГИЯ

681.2.089

Методика калибровки сканирующего оптического микроскопа ближнего поля при измерении геометрических параметров объектов в режиме квазитрения

А. Ю. КУЗИН*, П. А. ТОДУА*, В. И. ПАНОВ, А. А. ЕЖОВ**,
Д. А. МУЗЫЧЕНКО****

* Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума,
Москва, Россия, e-mail: fgurnicpv@mail.ru

** Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Москва,
Россия, e-mail: panov@phys.msu.ru

Продемонстрирована возможность использования дифракционной решетки, изготовленной методом лазерного фотоиндуцированного травления поверхности (001) монокристаллического InP и моноатомных ступеней на поверхности (0001) высокоориентированного пиролитического графита в качестве эталонных объектов для калибровки сканирующего ближнепольного оптического измерительного микроскопа, работающего в режиме квазитрения.

Ключевые слова: сканирующий оптический микроскоп ближнего поля, дифракционная решетка, пиролитический графит.

The possibility of application of diffraction grating manufactured by laser photo-induced etching of monocrystal InP (001) surface and of monoatomic steps on the surface (0001) of highly oriented pyrolytic graphite as reference samples for calibration of scanning near-field optical microscope working in shear-force mode has been demonstrated.

Key words: scanning near-field optical microscope, diffraction grating, pyrolytic graphite.

Развитие нанотехнологий приводит к необходимости решать измерительные задачи, направленные на обеспечение единства измерений в нанометровом диапазоне, а также требует разработки новых и совершенствования существующих методов измерений характеристик материалов и диагностики процессов в низкоразмерных структурах. Опираясь на объекты нанометровых размеров, следует учитывать специфику нанообъектов, чтобы обеспечивать полноту измерений их параметров характеристик в нанометровом диапазоне, опираясь на стандартизированные методики. В на-

нотехнологиях представляется крайне важным получение информации о геометрических параметрах поверхности изучаемых объектов, их локальных физико-химических свойствах и протекающих процессах в нанометровом диапазоне. Ключевую роль здесь играет создание методик измерений с помощью сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ) различных типов.

Среди СЗМ особое место занимают сканирующие оптические микроскопы ближнего поля (СОМБП). Они предназначены для измерений свойств электромагнитных полей

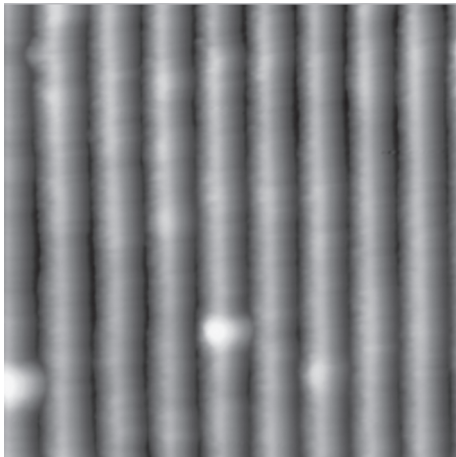


Рис. 1. Топографическое изображение (2070×2070 нм) поверхности дифракционной решетки, изготовленной методом лазерного фотоиндуцированного травления монокристаллического InP

(ЭМП), в том числе спектральных и поляризационных с разрешением, значительно превышающим дифракционный предел при одновременном измерении геометрических параметров этого же объекта с нанометровым разрешением [1]. Применение СОМБП позволяет исследовать оптический отклик отдельных объектов нанометрового размера на внешнее воздействие и, кроме того, предоставляет уникальные возможности по изучению локальной трехмерной структуры ЭМП с разрешением, достигающим единиц нанометров [2, 3].

В настоящее время имеется около двух десятков типов микроскопов ближнего поля, различающихся особенностями оптической схемы и функциональным назначением зон-

да. В зависимости от наличия или отсутствия диафрагмы на конце зонда СОМБП их можно разделить на две основные группы: апертурные и безапертурные. Независимо от типа зонда они должны обеспечивать надежное измерение геометрических параметров исследуемого объекта в области, где зонд регистрирует распределение ЭМП. При этом геометрическая и оптическая информации регистрируются одновременно по двум независимым каналам. В основе наиболее распространенного метода измерения рельефа и удержания зазора между зондом и поверхностью образца в СОМБП лежит регистрация изменений амплитуды (фазы) вынужденных изгибных колебаний сканирующего волокна за счет сил квазитрения. Поэтому в настоящей работе рассмотрены особенности калибровки указанного микроскопа при измерении геометрических параметров объектов в режиме квазитрения. Таким образом, обеспечение высокого разрешения (не ниже, чем у атомно-силового микроскопа, работающего в бесконтактном режиме) является ключевой задачей, если СОМБП служит в качестве диагностического прибора.

Данная работа посвящена разработке методики калибровки СОМБП с применением параметров тестовых объектов: дифракционной решетки, изготовленной методом лазерного фотоиндуцированного травления поверхности (001) монокристалла InP, и монокристаллических ступеней на поверхности (0001) высокоориентированного пиролиитического графита (ВОПГ). Фотоиндуцированное травление с использованием лазерного излучения позволяет контролировать период получаемой решетки путем изменения геометрии оптической схемы. При применении ВОПГ можно легко воспроизводить высоту ступени, предназначенной для калибровки, путем скола поверхности, поскольку эта высота определяется, в основном, свойствами самого ВОПГ, а не процедурой скола. При помощи разработанной методики калибровки можно определять действительные значения метрологических характеристик СОМБП.

Условия эксперимента. В связи с прецизионным характером измерений при их проведении необходимо стабилизировать ряд внешних условий, которые могут повлиять на получаемые результаты. В настоящей работе калибровку микроскопа осуществляли в следующих условиях: температура окружающей среды (20 ± 3) °С; относительная влажность воздуха не более 80 % и атмосферное давление (100 ± 4) кПа. Особое внимание уделяли стабильности напряжения и частоты питающей электросети, которые составляли (220 ± 11) В и (50 ± 5) Гц, соответственно. Помещения, в которых был установлен СОМБП и в которых изготавливали средства его калибровки, соответствовали классу 8 по наличию взвешенных в воздухе частиц размерами 0,5 и 5 мкм, а также их концентрациями [4]. Помещения были защищены от внешнего акустического шума и механических вибраций.

Дифракционные решетки для калибровки СОМБП в плоскости образца формировали методом лазерного фотоиндуцированного

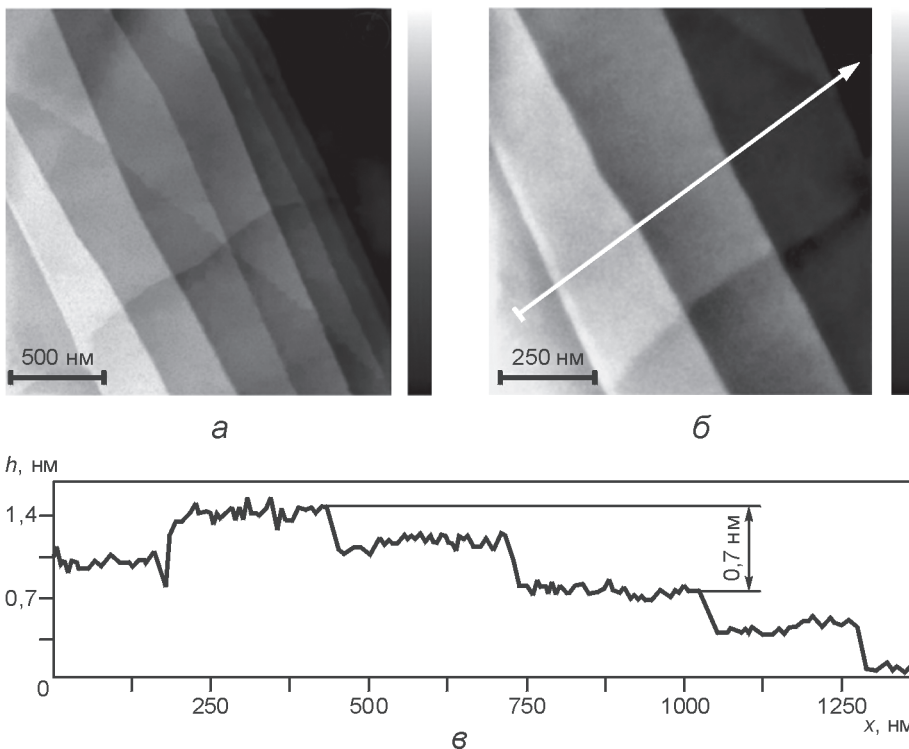


Рис. 2. Топографические изображения (а, б) поверхности, полученной путем скола высокоориентированного пиролиитического графита и сечение одного из этих изображений (в)

ного травления поверхности (001) монокристалла InP. Для изготовления калибровочных мер применяли высокомонокристаллическую линию излучения аргонового ионного лазера с длиной волны 488 нм.

Подготовку к процедуре калибровки СОМБП в режиме квазитрения с помощью параметров дифракционной решетки, изготовленной описанным выше методом, проводили следующим образом. Монокристалл InP, на поверхности которого была сформирована дифракционная решетка, последовательно промывался в ацетоне марки ОСЧ и в особо чистом метаноле в ультразвуковой ванне, а затем в дистиллированной воде и обдувался чистым сухим азотом для удаления любых мелких частиц с его поверхности, поскольку углерод, содержащийся в этих частицах, мог вызвать загрязнение поверхности образца. Используемый инструмент также был предварительно тщательно промыт в ацетоне марки ОСЧ и в особо чистом метаноле в ультразвуковой ванне. После установки тестового объекта на рабочий стол микроскопа выполнялось предварительное сближение апертурного или безапертурного зонда СОМБП и поверхности исследуемого образца. Контроль за сближением осуществляли визуально с помощью оптического микроскопа МБС-10. Сближение проводили до достижения между зондом и поверхностью расстояния 100 — 1000 мкм. Затем измерением амплитудно-частотной характеристики определяли резонансную частоту кварцевого камертонного резонатора (ККР) с прикрепленным к нему зондом СОМБП. Определенное таким образом значение использовали для задания частоты опорного генератора пьезоэлектрического датчика силы квазитрения. После этого осуществлялось автоматическое точное сближение зонда с поверхностью образца с применением шагового двигателя и пьезоманипулятора точных перемещений микроскопа при включенной системе обратной связи до достижения расстояния 500 — 1000 нм. Опорный сигнал обратной связи устанавливался в диапазоне 90 — 95 % максимального значения амплитуды колебаний ККР с прикрепленным к нему зондом вдали от поверхности образца. Для калибровки СОМБП в плоскости XOY использовали значение периода дифракционной решетки, равное 244 нм (рис. 1). Геометрические параметры (период и профиль) решетки независимо контролировались по результатам измерений, проведенных на растровом электронном микроскопе высокого разрешения.

Калибровку СОМБП по нормали к поверхности проводили с учетом результатов измерений высоты одноатомной ступеньки на свежем сколе ВОПГ, который приготавливался с использованием клейкой ленты. Высота моноатомной ступеньки на поверхности (0001) ВОПГ $h_0 = 0,335$ нм, что подтверждено при измерениях с использованием рентгеновского дифрактометра высокого разрешения. Процедуру подготовки к измерениям после установки тестового объекта на рабочий стол микроскопа осуществляли аналогично процедуре, выполняемой с дифракционной решеткой. На рис. 2 показан ступенчатый рельеф ВОПГ вдоль линии скола (светлая линия).

Результаты экспериментов и их обсуждение. Калибровка СОМБП в плоскости образца заключалась в последовательном выполнении следующих операций.

1. С помощью СОМБП получали топографические изображения горизонтального участка дифракционной решетки на поверхности (001) InP в режиме квазитрения. Количество независимо полученных топографических изображений

горизонтальных участков поверхности было не менее 5. Изображения сохраняли на жестком диске или любом другом цифровом носителе информации.

2. Измеряли линейный размер (период) дифракционной решетки с применением программных пакетов обработки результатов СОМБП-измерений на топографических изображениях поверхности калибровочной решетки (полученной так, как это описано в п. 1). Для этого использовали сечения топографических изображений. Измерения проводили для всех изображений.

3. Результаты измерения периода дифракционной решетки d_i записывали в табличной форме, после чего вычисляли среднее значение, дисперсию, стандартное отклонение, а также доверительные интервалы высоты ступеньки.

Результаты серии измерений d_i периодов дифракционной решетки на поверхности (001) InP представлены в табл. 1 (двадцать значений периодов), где \bar{x} — среднее значение.

Таблица 1

Результаты серии измерений периодов дифракционной решетки на поверхности (001) InP

N	d_i , нм	$d_i - \bar{x}$, нм	$(d_i - \bar{x})^2$, нм
1	248	3,7	13,69
2	249	4,7	22,09
3	240	-4,3	18,49
4	241	-3,3	10,89
5	249	4,7	22,09
6	241	-3,3	10,89
7	247	2,7	7,29
8	247	2,7	7,29
9	239	-5,3	28,09
10	244	-0,3	0,09
11	248	3,7	13,69
12	240	-4,3	18,49
13	247	2,7	7,29
14	241	-3,3	10,89
15	247	2,7	7,29
16	241	-3,3	10,89
17	240	-4,3	18,49
18	248	3,7	13,69
19	248	3,7	13,69
20	241	-3,3	10,89
Σ	4886	—	266,2

Оценка математического ожидания периода дифракционной решетки определялась ее средней арифметической величиной

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N d_i,$$

а точечная оценка среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений рассчитывалась как

$$s_t = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (d_i - \bar{x})^2}.$$

При уровне доверительной вероятности $P = 0,95$ по таблице Стьюдента для двадцати измерений было найдено $t = 2,09$. Абсолютная погрешность оценки периода дифракционной решетки на поверхности (001) InP имеет вид

$$\Delta d = s_t t = 3,7 \cdot 2,093 = 7,8 \text{ нм.}$$

Полученные результаты позволяют сделать вывод о том, что значение периода дифракционной решетки с вероятностью 0,95 лежит в интервале 236,2 — 252,1 нм и, таким образом, относительная погрешность измерений не превышает 3 %.

Процедура калибровки СОМБП в направлении, перпендикулярном к поверхности образца, заключалась в последовательном выполнении следующих операций.

1. С помощью СОМБП, работающего в режиме квазитрения, получали топографические изображения горизонтального участка поверхности (0001) ВОПГ, которые затем сохраняли на жестком диске или любом другом цифровом носителе информации. Количество независимо полученных топографических изображений поверхности было не менее 5.

2. На всех этих изображениях с использованием программных пакетов обработки результатов СОМБП путем построения сечений изображений измеряли высоту моноатомной ступени.

3. Результаты измерения h_i записывали в табличной форме. После этого вычисляли среднее значение, дисперсию, стандартное отклонение, а также доверительные интервалы высоты ступени.

4. Уточняли коэффициент преобразования манипулятора точных перемещений СОМБП в направлении, перпендикулярном к поверхности образца, путем замены первоначального (произвольного) коэффициента преобразования манипулятора K_{z1} новым коэффициентом преобразования $K_N = K_{z1}(h_0/h_1)$, где $h_0 = 0,335$ нм.

Результаты серии измерений h_i высоты моноатомных ступеней на поверхности ВОПГ представлены в табл. 2 (двадцать значений высоты).

Таблица 2

Результаты серии измерений высоты моноатомных ступеней на поверхности (0001) ВОПГ

N	h_i , нм	$h_i - \bar{x}$, нм	$(h_i - \bar{x})^2$, нм
1	0,335	-0,001	0,000001
2	0,330	-0,005	0,000025
3	0,343	0,008	0,000064
4	0,341	0,006	0,000036
5	0,337	0,002	0,000004
6	0,332	-0,003	0,000009
7	0,331	-0,004	0,000016
8	0,339	0,004	0,000016
9	0,340	0,005	0,000025
10	0,329	-0,006	0,000036
11	0,332	-0,003	0,000009
12	0,336	0,001	0,000001
13	0,341	0,006	0,000036
14	0,340	0,005	0,000025
15	0,331	-0,004	0,000016
16	0,339	0,004	0,000016
17	0,341	0,006	0,000036
18	0,329	-0,006	0,000036
19	0,330	-0,005	0,000025
20	0,338	0,003	0,000009
Σ	6,714	—	0,000441

Оценки математического ожидания и СКО результатов измерений высоты моноатомной ступени на поверхности пирографита находили по выражениям

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N h_i; \quad s_t = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (h_i - \bar{x})^2}.$$

При $P = 0,95$ по таблице Стьюдента для двадцати измерений получили $t = 2,09$. Абсолютная погрешность в этом случае составила

$$\Delta h = s_t t = 0,0048 \cdot 2,093 = 0,010 \text{ нм.}$$

По полученным результатам можно сделать вывод о том, что значение высоты моноатомной ступени с вероятностью 0,95 лежит в интервале 0,326 — 0,346 нм и относительная погрешность измерений не превышает 3 %.

Выводы. Продемонстрирована возможность калибровки СОМБП, работающего в режиме квазитрения. Калибровку в плоскости поверхности образца осуществляли с помощью дифракционной решетки, изготовленной методом лазерного фотоиндуцированного травления на поверхности (001) монокристаллического InP, а в направлении нормали к плоскости поверхности — с использованием моноатомных ступеней на поверхности (0001) ВОПГ. Показано, что при доверительной вероятности 0,95 период дифракционной решетки составляет 236,2 — 252,1 нм, а высота ступени на поверхности ВОПГ 0,326 — 0,346 нм. По результатам калибровки прибора установлено, что относительная погрешность измерений геометрических параметров объектов в плоскости поверхности и в направлении нормали к плоскости поверхности не превышает 3 % при $P = 0,95$. Таким образом, разработанную методику калибровки можно применять для определения действительных значений метрологических характеристик СОМБП.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (государственный контракт № 16.523.12.3005) с применением оборудования Центров коллективного пользования МГУ им. М. В. Ломоносова и НИЦПВ.

Литература

1. **Ежов А. А. и др.** Исследование локализации электромагнитного поля на периодических структурах и дефектах методом оптической микроскопии ближнего поля // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2000. № 11. С. 59—63.
2. **Ежов А. А. и др.** Применение сканирующей оптической микроскопии ближнего поля для изучения субмикро- и нанообъектов, а также распределения электромагнитного поля // *Наукоемкие технологии*. 2005. Т. 6. № 1. С. 34—40.
3. **Lewis A. e. a.** Design and imaging concepts in NSOM // *Ultramicroscopy*. 1995. V. 61. P. 215—220.
4. **ГОСТ Р ИСО 14644-1—2002.** Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Ч. 1. Классификация чистоты воздуха.

Дата принятия 20.04.2012 г.