

Стандартный образец для калибровки просвечивающих электронных микроскопов

Д. С. БОДУНОВ*, В. П. ГАВРИЛЕНКО*, А. В. ЗАБЛОЦКИЙ**, А. А. КУЗИН**,
А. Ю. КУЗИН*, В. Б. МИТЮХЛЯЕВ*, А. В. РАКОВ*, П. А. ТОДУА*,
М. Н. ФИЛИППОВ***

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

** Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия

*** Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН, Москва, Россия

Разработан и утвержден тип стандартного образца параметров шаговой структуры в тонком слое монокристаллического кремния ГСО 10030—2011, предназначенного для калибровки просвечивающих электронных микроскопов в диапазоне увеличений $1000 — 1500000\times$. Аттестуемые параметры — значения шага шаговой структуры и расстояние между плоскостями (111) монокристаллического кремния в материале образца — независимо прослеживаются к единице длины — метру.

Ключевые слова: стандартный образец, монокристаллический кремний, просвечивающий электронный микроскоп, калибровка.

The reference material of pitch structure parameters in a thin layer of monocrystal silicon is developed. This reference material 10030—2011 has been certified and is intended for transmission electron microscope calibration in the range of magnification values $1000 — 1500000\times$. The certification parameters are the pitch of the pitch structure and the (111) lattice spacing of monocrystal silicon in reference material. Both are independently traceable to the SI length unit — meter.

Key words: reference material, monocrystal silicon, transmission electron microscope, calibration.

Одним из основных методов характеристики нанообъектов и наноструктур является просвечивающая электронная микроскопия. Для обеспечения достоверности получаемой информации необходима калибровка просвечивающих электронных микроскопов (ПЭМ), которую проводят с помощью различных тест-объектов или стандартных образцов (СО). Использование для калибровки СО утвержденного типа должно обеспечить прослеживаемость измерений размерных параметров нанообъектов к первичному эталону длины — метру.

До недавнего времени ввиду отсутствия отечественных разработок для калибровки ПЭМ применяли импортные тест-объекты, тип которых не утвержден установленным в Российской Федерации порядком. Основным параметром ПЭМ, определяемым в процессе калибровки, является коэффициент увеличения. Широкий диапазон реализуемых увеличений приводит к необходимости привлечения для калибровки различных по структуре и технологии изготовления тест-объектов, и каждый из них применяется в своем диапазоне увеличений. Для увеличений порядка $20000\times$ используют латексные сферы или реплики с дифракционных решеток [1], например, образец «Cross Grating Replica»

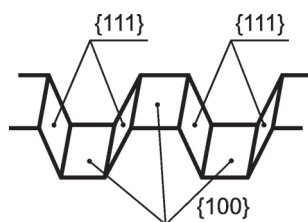


Рис. 1. Схематическое изображение рельефной шаговой структуры

№ 02902-AB фирмы SPI, имеющий ячеистую структуру со средним размером ячейки $0,463\text{ мкм}$. При увеличениях свыше $100000\times$ применяют тонкие срезы монокристаллов или кристаллическую решетку золота.

Существующие тест-объекты обладают рядом недостатков [2]. Так, латексные сферы подвержены радиационным

повреждениям, существенным является также изменение размеров сфер из-за контаминации. Недостаток реплики с решеток — эффект «провисания» в пределах ячейки поддерживающей сеточки. Кроме того, аттестованным является средний период между штрихами, при этом конкретное расстояние между соседними элементами может отличаться ввиду неровности края.

Изготовление СО. В ОАО «НИЦПВ» для калибровки ПЭМ разработан стандартный образец параметров шаговой структуры в тонком слое монокристаллического кремния ГСО 10030—2011. Данный образец предназначен для определения коэффициента увеличения ПЭМ в диапазоне увеличений $1000 — 1500000\times$ при калибровке. При увеличениях до $100000\times$ калибровку выполняют по значению одного или нескольких шагов шаговой структуры, при увеличениях более $100000\times$ — в режиме прямой визуализации кристаллической структуры СО по значению расстояния между плоскостями (111) кремния.

Стандартный образец представляет собой тонкий поперечный срез рельефной шаговой структуры в монокристаллическом кремнии, изготовленный методом вырезания сфокусированным ионным пучком в электронно-ионном микроскопе. В качестве рельефной шаговой структуры на поверхности кремния [3], плоскость которой совпадает с кристаллографической плоскостью (100).

Рельефную шаговую структуру изготавливают анизотропным травлением кремния в 5 %-ном растворе КОН через маску из окисла, сформированную литографическим способом с последующим плазмо-химическим травлением. В результате травления профиль каждого выступа имеет форму трапеции с равными боковыми сторонами, а угол наклона боковой стороны относительно нижнего основания равен углу φ между кристаллографическими плоскостями (100) и (111). Схематическое изображение рельефной шаговой

структуры представлено на рис. 1. Глубина рельефа определяется временем травления и может быть задана в диапазоне 100 — 1500 нм.

Поперечный срез формируется вдоль плоскости (110), перпендикулярной направлению выступов рельефа, и включает не менее пяти выступов, образующих шаговую структуру. Боковые грани поперечного среза дополнительно обрабатываются скользящим пучком низкоэнергетических ионов для удаления нарушенного слоя, в результате толщина изготовленного поперечного среза не превышает 50 нм. Подготовленный поперечный срез переносят с помощью микроманипулятора на стандартный держатель образцов для ПЭМ.

Аттестуемыми характеристиками данного СО являются значения шага T_i шаговой структуры ($i = 1, 2, \dots, N$), $4 \leq N \leq 9$ и расстояние d_{111} между плоскостями (111) монокристаллического кремния в материале СО. Шаг определяется по формуле $T_i = (T_{in} + T_{in})/2$, где T_{in} , T_{in} — расстояния между левыми и правыми вершинами выступов с номерами i , $i + 1$.

Экземпляры СО изготавливали из образцов рельефной шаговой структуры в кремнии двух типов с номинальными значениями шага 2 и 0,5 мкм методом вырезания сфокусированным ионным пучком с помощью электронно-ионного микроскопа JIB-4500. Предварительно участок поверхности рельефной структуры запылался углеродом сначала электронно-индуцированным, а затем ионно-индуцированным методами, так что общая толщина защитного слоя углерода составляла примерно 1 мкм. Изображение изготовленной шаговой структуры, включающей пять выступов с номинальным значением шага 2 мкм, полученное с использованием ПЭМ, представлено на рис. 2.

Изображение участка выступа вблизи угла при верхнем основании, снятое при высоком увеличении ПЭМ в режиме прямого разрешения кристаллической структуры, показано на рис. 3, где горизонтальная грань соответствует верхнему основанию выступа. Из рис. 3 следует, что боковая грань выступа ориентирована параллельно плоскостям (111) кристаллической решетки кремния.

Аттестация СО. Установление числовых значений шага шаговой структуры СО проводили с применением микроскопа JSM-7401F, коэффициент увеличения которого предварительно устанавливали в процессе калибровки при помощи специальной меры ширины и периода МШПС-2.0К.

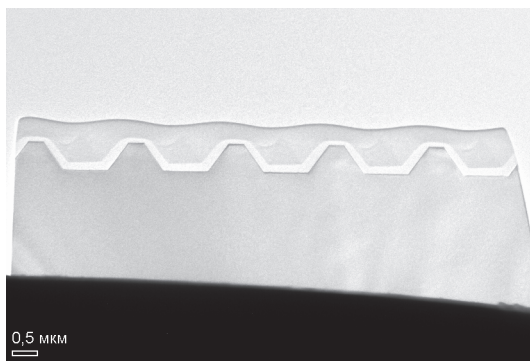


Рис. 2. Изображение шаговой структуры ГСО 10030—2011 с номинальным значением шага 2 мкм, полученное с использованием просвечивающего электронного микроскопа

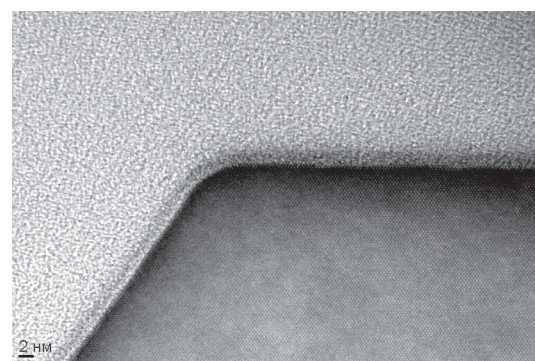


Рис. 3. Изображение участка выступа шаговой структуры вблизи угла при верхнем основании, полученное с использованием просвечивающего электронного микроскопа

Расстояние d_{111} между плоскостями (111) монокристаллического кремния в материале СО устанавливали с использованием рентгеновского дифрактометра D8 DISCOVER на участке кремниевой пластины, из которой затем ионным пучком вырезали поперечный срез шаговой структуры. Угловую шкалу рентгеновского дифрактометра предварительно калибровали по СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 9464—2009 (SRM 1976a) и СО Национального института стандартов и технологий США (NIST) SRM—2000. Полученные в результате аттестации метрологические характеристики ГСО 10030—2011 приведены в таблице.

Прослеживаемость измерений параметров ГСО 10030—2011. Прослеживаемость измерений d_{111} реализуется по следующей схеме. Образец SRM-2000 (NIST), прослеживаемость которого к единице длины — метру — обеспечена с помощью совмещенного рентгеновскооптического абсолютного интерферометра Федерального физико-технического института Германии (PTB) [4], вместе с ГСО 9464—2009 (SRM 1976a) использован для установления шкалы угловых положений дифрактометра D8 DISCOVER. С помощью этого дифрактометра определено межплоскостное расстояние d_{111} в материале меры МШПС-2.0К. Вырезанный из данной меры тонкий срез представляет собой ГСО 10030—2011 с известным значением d_{111} .

Прослеживаемость измерений шага T_i обеспечивается путем поверки микроскопа JSM-7401F в соответствии со стандартом [5] по мере МШПС-2.0К, поверки этой меры согласно стандарту [6] при помощи атомно-силового микроскопа Solver P47H, сопряженного с лазерной измерительной системой ЛИС-01М, поверки ЛИС-01М с применением государственного первичного эталона единицы длины — метра — ГЭТ 2—85.

Выводы. Разработан и утвержден тип стандартного образца параметров шаговой структуры в тонком слое моно-

Аттестованные метрологические характеристики ГСО 10030—2011

Аттестуемая характеристика	Диапазон допускаемых аттестованных значений, нм	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности, нм, при доверительной вероятности $P = 0,95$
Шаг шаговой структуры T_i ($i = 1, 2, \dots, N$, $4 \leq N \leq 9$)	400 — 2100	± 1
Расстояние d_{111} между плоскостями (111) монокристаллического кремния	0,3120 — 0,3150	$\pm 0,0005$

кристаллического кремния ГСО 10030—2011, предназначенного для калибровки ПЭМ в диапазоне увеличений $1000 - 1500000\times$. Два параметра ГСО — шаг шаговой структуры и расстояние между плоскостями (111) монокристаллического кремния в материале образца — независимо прослеживаются к единице длины — метру.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (государственный контракт № 16.552.11.7038) с применением оборудования центра коллективного пользования НИЦПВ в рамках Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007—2013 годы».

Л и т е р а т у р а

1. **Утевский Л. М.** Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М.: Металлургия, 1973. С. 31.

2. **Williams D., Carter C.** Transmission electron microscopy. A textbook for materials science. N.Y.: Springer Science+Business Media, 2009. P. 164.

3. **Новиков Ю.А. и др.** Линейная мера микрометрового и нанометрового диапазонов для растровой электронной и атомно-силовой микроскопии // Труды ИОФАН. 2006. Т. 62. С. 36—76.

4. **NIST 2008 SRM 2000:** Calibration standard for high-resolution x-ray diffraction. P. 1—11.

5. **ГОСТ Р 8.631—2007.** ГСИ. Микроскопы электронные измерительные. Методика поверки.

6. **ГОСТ Р 8.629—2007.** ГСИ. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецидальным профилем элементов. Методика поверки.

Дата принятия 16.07.2012 г.

ЛИНЕЙНЫЕ И УГЛОВЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ

681.786.3

Метод устранения влияния магнитного поля в лазерном динамическом гониометре

Е. М. ИВАЩЕНКО, П. А. ПАВЛОВ

С.-Петербургский государственный электротехнический университет,
С.-Петербург, Россия, e-mail: pavl-petr@yandex.ru

Предложен метод исключения систематической погрешности кольцевого лазера, вызванной влиянием магнитного поля, который основан на реверсивном характере вращения лазера. Представлены результаты экспериментальных исследований, которые показали эффективность применения метода реверсивного вращения.

Ключевые слова: лазерный динамический гониометр, угловые измерения, систематическая погрешность.

The method of elimination of systematic error of ring laser caused by magnetic field influence based on the reverse nature of laser rotation is suggested. The experimental study results showing the reverse rotation method effectiveness are presented.

Key words: dynamic laser goniometer, angle measurements, systematic error.

Развитие лазерной динамической гониометрии послужило основой для создания ряда прецизионных углоизмерительных установок [1], а также промышленного образца гониометра ДГ-03Л [2]. Этот лазерный динамический гониометр (ЛДГ), предназначен для измерения плоских углов между гранями призматических мер (ПМ) и внесен в Государственный реестр средств измерений под номером № 43296—09.

В состав ЛДГ входит вращающийся с квазипостоянной скоростью кольцевой лазер (КЛ), частота выходного сигнала которого пропорциональна скорости его вращения относи-

тельно инерциального пространства. Интегрирование выходного сигнала КЛ создает виртуальную угловую шкалу, характеризующуюся высоким разрешением и равномерностью. Метрологические характеристики ЛДГ изучены в [3—5], откуда следует, что основными являются погрешность КЛ, вызванная внешним магнитным полем, и погрешность установки интерференционного нуля-индикатора (ИНИ). Обе эти погрешности носят систематический характер и сосредоточены на первой внутриоборотной гармонике. Применение метода кросс-калибровки [6] при измерении ПМ плоского