13. **Zhang J. T. e. a.** Redefinition of the Boltzmann Constant with fixed-length cylinder // Ibid.

14. **Lin H. e. a.** Perturbation Measurement of Waveguide for the acoustic Thermometry // Ibid.

15. **Gavioso R. M. e. a.** Acoustic determination of Boltzmann constant with quasispherical resonator. // Ibid.

16. **Gavioso R. M. e. a.** Shell perturbations of an acoustic thermometer determined from speed of sound in gas mixtures. // Ibid.

17. **Gavioso R. M. e. a.** A determination of the Boltzmann constant from speed of sound measurements in helium at a single thermodynamic state // Metrologia. 2010. V. 47. P. 387—409.

18. **Zandt T. e. a.** Capabilities for dielectric-constant gas thermometry in a special large-vokume liquid-bath thermostat // Abstr. conf. TEMPMEKO&ISHM-2010 [Электрон. ресурс]. http://www.tempmeko-ishm.org/program.html (дата обращения: 25.08.2010).

19. **Briadeau S. e. a.** The European experiments on the Doppler broadening method for the Boltzmann constant determination // Ibid.

20. **Pitre L. e. a.** Acoustic determination of the Boltzmann constant: progress with a diamond turned quasispherical resonator in helium // Ibid.

21. **Truong D. e. a.** Measuring shell resonances of spherical acoustic resonators // Ibid.

22. **Pitre L. e. a.** An acoustic/microwave determination of the Boltzmann constant at LNE-INM/CNAM with a quasi triaxial ellipsoid of 0,5 litre // Ibid.

23. **Podesta de M. e. a.** Assessment of uncertainty in the determination of the Boltzman constant by an acoustic technique // Ibid.

Дата принятия 20.09.2010 г.

620.1.08(017)

Прослеживаемость результатов измерений в нанометровом диапазоне к единицам Международной системы единиц физических величин

С. С. ГОЛУБЕВ, С. Н. ГОЛУБЕВ

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия, e-mail: sergolubev@mail.ru

Рассмотрены вопросы обеспечения прослеживаемости результатов измерений в нанометровом диапазоне к эталонам, включенным в базу СМС МБМВ: измерения геометрических размеров, для которых предложен набор калибровочных (поверочных) мер, и цепочка прослеживаемости к эталону — метрологическому атомно-силовому микроскопу; два метода калибровки сканирующих зондовых микроскопов — прямой и с использованием фурье-образа топограммы меры; методика калибровки растровых электронных микроскопов; бюджет неопределенности и формулы для расчета его составляющих при калибровке по рельефной мере нанометрового диапазона TGQ1.

Ключевые слова: *сканирующая микроскопия, меры, нанометровый диапазон, прослеживаемость, калибровка, поверка.*

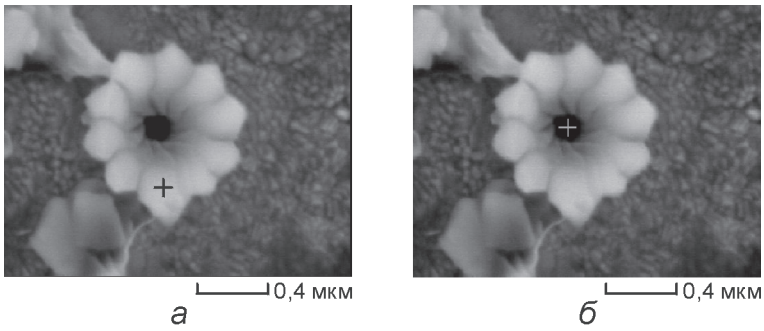
The problem of measurement traceability to standards included in BIPM CMC base assurance in nanometer range is considered with other important topics: geometric measurements with the measures for calibration (verification) and the traceability chain to etalon — metrological AFM; two methods for calibration of SPM — direct calibration and calibration with the Fourier transform of measure topogram; guideline for SEM calibration; uncertainty budget and formulas for its components calculation at calibrating by relief measure of nanometer range TGQ1.

Key words: *scanning microscopy, measures, nanometer range, traceability, calibration, verification.*

Измерения в нанометровом диапазоне подразделяются на несколько видов. В первую очередь, к ним относятся измерения геометрических размеров [1—3]. Основными средствами измерений (СИ) геометрических размеров объектов в нанометровом диапазоне принято считать электронные и зондовые микроскопы. Под электронными микроскопами в контексте измерений обычно подразумевают *сканирующие (С*ЭМ), или *растровые* (РЭМ) электронные микроскопы. Эти два понятия используют как синонимы [4]. Просвечивающие электронные микроскопы как СИ в настоящее время не применяют, так как в высшей степени дискуссионным является вопрос о *прослеживаемости* количественных результатов, полученных с их помощью, к единицам Международной системы единиц физических величин.

Другой вид измерений в нанометровом диапазоне — измерения структуры и свойств образцов. Причем ключевыми отличительными особенностями этих измерений являются очень жесткие требования по их *локальности*. Другими словами, измерительная задача — количественное определение состава и структуры на выбранном очень небольшом участке образца (линейным размером менее 1 мкм). Только такие локальные измерения позволяют перейти к специфическим свойствам образцов, определяющимся их особенностями в нанометровом масштабе.

На практике, как показано в [5], такие измерения могут быть реализованы при помощи дополнительного оснащения современных электронных микроскопов (в частности, приставками EDX). В данной работе предложены объекты,



а *б*

Рис. 1. Растровый электронный микроскоп — изображение биогенной структуры, позволяющей определить параметры локальности фазового состава для пары Ca-Pt. Содержание химических элементов:

а — C — 10,01 %; O — 48,08 %; Si — 0,19 %; Ca — 41,72 %;
б — C — 3,12 %; O — 3,76 %; Pt — 89,37 %; Ca — 3,75 %

которые могут исполнять роль *мер*, т. е. *калибровочных структур*, для определения ключевой метрологической характеристики метода — его локальности. Этот метод позволяет измерять фазовый состав образцов локальностью не менее 200 нм. Например, как следует из рис. 1, локальность определения биогенного кальцита на подложке из платины составляет 200 нм.

Одной из отличительных особенностей калибровочных структур, предложенных в [5], является их естественное (биологическое) происхождение, что указывает на тесную связь измерений размеров в нанометровом масштабе с задачами современной биотехнологии. Это новое направление, бурно развивающееся в настоящее время, будет нуждаться в метрологическом обеспечении. Представляется очевидным, что в данной области необходимо создать систему стандартных образцов *свойств* и *структуры* (скорее всего, с очень жесткими требованиями по локальности этих параметров). В этом и будет состоять отличие метрологического обеспечения биотехнологии и химии.

Применение биогенных объектов в качестве калибровочных структур в нанометровом масштабе представляется весьма перспективным. Очевидно, что использование искусственных объектов для калибровки СИ в данном случае тормозится из-за их чрезвычайно высокой цены. В сочетании с ограниченным сроком службы это создает значительные трудности в их распространении. В то же время аналогичные структуры в биологии часто широко распространены и легко доступны, для них бывает достаточно только один раз показать, что их метрологические характеристики удовлетворяют требованиям той или иной измерительной задачи.

Понятие «сканирующие зондовые микроскопы» (СЗМ) объединяет в себе более десятка различных видов приборов, включенных в одну группу из-за того, что информацию о

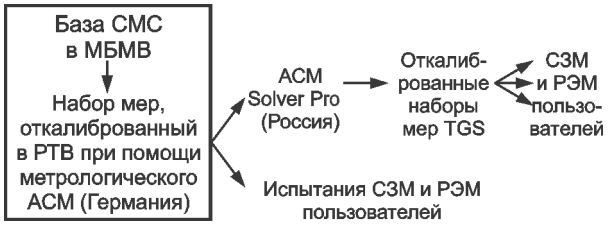


Рис. 2. Прослеживаемость СИ пользователей к эталонам, входящим в международную базу СМС

топографии поверхности в данном случае получают при помощи сканирования рельефа зондом. Отличие же состоит в том, какое физическое взаимодействие между зондом и поверхностью измеряется в процессе сканирования. Наибольшее распространение получили приборы, использующие силовое (АСМ), туннельное (СТМ) и магнитное взаимодействия. Часто разные режимы работы совмещаются в одном приборе, и для их реализации необходимо применять различные зонды (кантилеверы).

Сканирование обеспечивается при относительном перемещении зонда и образца. Как правило, оно реализуется при помощи пьезокерамических манипуляторов (трубок, «триподов»).

В настоящее время ряд зондовых и электронных микроскопов утвержден как тип средства измерений, поэтому данные СИ позволяют проводить *количественные измерения* параметров рельефа поверхности в нанометровом диапазоне. Важной задачей при этом является доказательство прослеживаемости результатов измерений к определениям единиц физических величин. Необходимо построение схемы передачи единицы длины от признанных в международном сообществе эталонов рабочим СИ пользователей.

С позиций международного метрологического сообщества отправным пунктом в цепочке прослеживаемости может быть установка, включенная в международную базу СМС калибровочных и измерительных возможностей. 30 января 2009 г. в данную базу был включен метрологический атомно-силовой микроскоп (АСМ), изготовленный и эксплуатируемый в РТВ (Германия). Расширенная неопределенность измерений геометрического размера p при его помощи составляет $(0{,}002 + 3 \cdot 10^{-5}\, p)$ нм по базе СМС [6]. Существенным затруднением для реализации прямой передачи единицы длины от данного эталона СИ пользователей является то, что измерение при помощи этого прибора (его название — NanoMeasuring Machine) требует длительного времени. В частности, измерения одной кремниевой решетки — удобного объекта для передачи единицы длины от эталона пользовательскому микроскопу — занимает 12 и более часов. Таким образом, передавать единицу длины от него непосредственно пользовательским СЗМ практически невозможно.

Предлагаемый подход состоит в использовании одного или несколько наборов мер нанометрового диапазона, откалиброванных в Германии на описанном выше эталоне. Далее при помощи АСМ с аттестованными метрологическими характеристиками (воспроизводимостью измерений) проводят сличения *эталонных* мер с набором мер пользователя, осуществляя тем самым передачу единицы длины от первичного эталона через набор мер и аттестованный АСМ мерам пользователя. Схема передачи единицы длины представлена на рис. 2.

Данная цепочка прослеживаемости (unbroken traceability chain) позволяет пользователю самостоятельно или при помощи аккредитованной в установленном порядке организации проводить калибровку своих приборов с необходимой регулярностью. Отдельно подчеркнем, что для выполнения особо ответственных измерений (находящихся в сфере государственного регулирования) необходимо использовать поверенное в установленном порядке СИ. Примерами таких особо ответственных измерений являются обнаружение

и количественное определение наночастиц и наноматериалов в пищевой продукции, средствах косметики и ряде других товаров народного потребления. Такие задачи решаются в рамках выполнения Федеральной целевой программы по развитию наноиндустрии в Российской Федерации, причем существенную метрологическую составляющую данных работ выполняет ВНИИМС.

Для своих нужд пользователь может применять различные материальные меры. Их рынок как у нас в стране, так и за рубежом весьма широк. Они различаются между собой формой и размером элементов рельефа, материалом, из которого изготовлена мера, наличием или отсутствием защитного покрытия и некоторыми другими особенностями. Для осуществления поверки и калибровки СИ нанометрового диапазона необходимо, чтобы применяемый набор мер был утвержден в качестве типа средства измерений. В настоящее время утвержден тип для известных мер МШПС-2.0К [7] и пяти различных мер, выпускаемых российской компанией НТ-МДТ. Так как последние доступнее по цене, то их применение — более распространенный вариант обеспечения прослеживаемости измерений.

Типы топографии поверхности для мер TGQ1, TDG01 и TGG1, TGT1 представлены на рис. 3.

Существует два принципиально различных способа калибровки СЗМ по приведенным периодическим структурам. Первым является прямое измерение геометрических характеристик (периода и высоты) структуры меры. Так как значения этих параметров известны из результатов калибровки самих мер, можно определить метрологические характеристики калибруемого СЗМ сравнением измеренных и известных параметров периодической структуры. Сначала надо вычислить и включить в программное обеспечение СЗМ масштабный коэффициент измерений по каждой оси по формуле

$$K_i = SK_0 / S_0, \qquad (1)$$

где S — усредненное значение *геометрической длины* какого-либо элемента структуры меры по N измерениям; S_0 — известное из результатов калибровки значение этого же параметра; K_0 — значение калибровочного коэффициента, установленное при измерении параметра S; индекс i обозначает одну из координатных осей X, Y или Z.

Установив этот новый масштабный коэффициент, фактически осуществим передачу единицы длины от меры средству измерений. Затем, повторив измерения с новым масштабным коэффициентом, получим новое значение параметра по N измерениям S^*. Разница между известным и измеренным значениями параметра

$$\Delta = |S_0 - S^*| \qquad (2)$$

будет составляющей неопределенности (погрешности), связанной с погрешностью градуировки по соответствующей оси.

Второй способ — построение фурье-образа от полученной топограммы периодической структуры по формуле

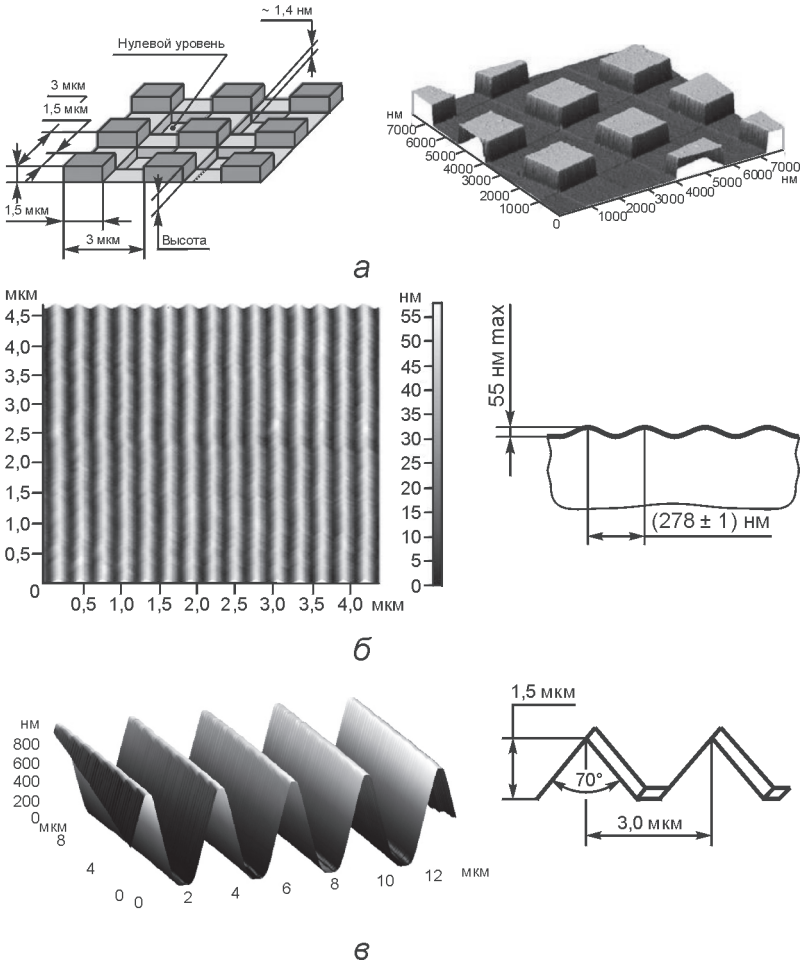


Рис. 3. Топография поверхностей мер:

а — TGQ1 — трехмерный прямоугольный рельеф («шашки»); период (3,00 ± 0,01) мкм по осям X и Y; высота (0,20 ± 0,002) мкм; *б* — TDG01 — двумерный синусоидальный рельеф, период (0,278 ± 0,001) мкм; *в* — TGG1 — двумерный треугольный рельеф, период по горизонтали (3,0 ± 0,01) мкм, угол при вершине (50 ± 20)°

$$\hat{h}(\omega_x, \omega_y) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{y_{max}} e^{-iy\omega_y}\, dy \int_0^{x_{max}} h(x,y) e^{-ix\omega_x}\, dx,$$

где $h(x, y)$ — функция высоты для топограммы от координат (x, y); (ω_x, ω_y) — новые частотные координаты. В соответствии с программным обеспечением СЗМ фурье-образ строят с учетом дискретности измерительных данных по алгоритму так называемого быстрого преобразования Фурье:

$$\hat{h}_{mk} = \sum_{q=0}^{n-1} \sum_{p=0}^{l-1} h_{qp} \exp\left(-\frac{2\pi i}{n} mq\right) \exp\left(-\frac{2\pi i}{m} kp\right).$$

На полученном фурье-образе топограммы имеющиеся периодические особенности структуры представляют собой пики, расстояние между которыми и есть измеренный период структуры. После его измерения дальнейший анализ измерительных данных также проводят по формулам (1), (2). В ряде случаев применение такого подхода позволяет улучшить точность калибровки СЗМ.

В настоящее время быстро развивается нормативное обеспечение СИ нанометрового диапазона. Существует ряд национальных стандартов (таких, как немецкий VDI/VDE 2656 и российский ГОСТ Р 8.636—2007), готовятся соответствующие стандарты ИСО. Однако на сегодняшний день работа в этой области еще далека от своего завершения. Единый нормативный документ, описывающий калибровку СИ нанометрового диапазона, отсутствует.

Для нормативно-методического обеспечения в настоящее время разработана общая методика калибровки РЭМ по мерам TGQ1. Кроме того, отметим, что для всех типов СЗМ, входящих в единый государственный реестр типов средств измерений, данные меры используются в качестве одного из основных средств поверки.

Суммарная неопределенность измерений, проводимых в процессе калибровки РЭМ, является количественной характеристикой той точности, с которой единица длины передается конкретному экземпляру РЭМ в процессе его калибровки. Основными ее компонентами являются:

неопределенность фактического значения длины периода структуры применяемой меры TGQ1 по результатам последней калибровки самой меры. Значение этого параметра должно быть указано в сертификате последней калибровки меры. В процессе калибровки РЭМ эта неопределенность является неопределенностью типа В и обозначается U_B;

неопределенность измерений длины периода структуры меры TGQ1 непосредственно при помощи калибруемого РЭМ, значение которой определяют в процессе калибровки РЭМ и статистической обработки результатов. Этот компонент бюджета неопределенности — неопределенность типа А и обозначается U_A. Количественно значение U_A для единичного измерения n_i совпадает со значением среднего квадратического отклонения и вычисляется по формуле

$$U_{A,\,i} = \sqrt{\frac{1}{n_i - 1}\sum_{q=1}^{n_i}\left(x_{iq} - M\left(x_i\right)\right)^2},$$

где $M(x_i)$ — среднее арифметическое результатов измерений всей серии.

Стандартная неопределенность всей серии аналогичных измерений совпадает со значением среднего квадратического отклонения и определяется как

$$U_A\left(x_i\right) = \sqrt{\frac{1}{n_i\left(n_i - 1\right)}\sum_{q=1}^{n_i}\left(x_{iq} - M\left(x_i\right)\right)^2},$$

т. е. неопределенность серии из n_i измерений в $\sqrt{n_i}$ раз меньше неопределенности каждого отдельного измерения.

Суммарную стандартную неопределенность U_c вычисляют как геометрическую сумму неопределенностей типов А и В по формуле

$$U_c = \sqrt{U_B^2 + U_A^2}.$$

Полная калибровка РЭМ состоит из 90 серий измерений. Это количество получают комбинаторно из тех соображений, что проверяются три значения ускоряющего напряжения, три значения рабочего расстояния, пять различных увеличений и два ортогональных направления измерений (оси X и Y).

Расширенную неопределенность вычисляют по формуле

$$U_{расш} = kU_c,$$

где коэффициент охвата k — квантиль распределения Стьюдента.

Для уровня значимости P = 0,95 и нормального распределения k = 2. Соответственно, при калибровке РЭМ расширенную неопределенность определяют по формуле

$$U_{расш} = 2U_c.$$

Оба параметра, т. е. значения стандартной и расширенной неопределенностей, заносят в протокол калибровки. Неопределенность измерений можно вычислять как в абсолютных единицах (метры, микрометры, нанометры), так и в относительных единицах, в частности, в процентах. Допускаются обе формы представления результатов калибровки РЭМ.

В зависимости от особенностей конкретной модели РЭМ количественные характеристики неопределенности измерений можно вычислять и заносить в протокол калибровки как дифференцированно для разных режимов, так и в форме параметров, усредненных для различных режимов работы РЭМ. Например, в типичном случае может оказаться целесообразным привести раздельно в протоколе калибровки неопределенность измерений при различных увеличениях микроскопа, усреднив результаты, полученные для различных значений ускоряющего напряжения и рабочего расстояния.

Значение неопределенности измерений, полученное в процессе калибровки РЭМ, при переходе к измерениям на реальных объектах (препаратах) в бюджете неопределенности измерений рабочими СИ соответствует неопределенности типа В. Неопределенность типа А в бюджете измерений рабочими СИ формируется соответствующей совокупностью статистических результатов, получаемых в процессе измерений, выполняемых в соответствии с используемой в конкретном случае методикой.

Таким образом, при помощи данных рельефных мер обеспечивается прослеживаемость результатов измерений к определениям физических величин, имеется возможность выполнять поверку и калибровку средств измерений нанометрового диапазона — зондовых и электронных микроскопов.

Литература

1. **Лысенко В. Г., Голубев С. С., Пошивалов А. В.** Методы и средства обеспечения единства измерений в нанотехнологиях // Мир измерений. 2005. № 8. С. 10—15.

2. **Кононогов С. А., Голубев С. С., Лысенко В. Г.** Исследование измерительных и калибровочных возможностей средств измерений нанометрового диапазона // Законодательная и прикладная метрология. 2008. № 3. С. 19—27.

3. **Тодуа П. А. и др.** Метрологическое обеспечение измерений длины в микрометровом и нанометровом диапазонах и их внедрение в микроэлектронику и нанотехнологию // Микросистемная техника. 2004. № 1. С. 38—44; № 2. С. 24—39; № 3. С. 25—32.

4. **Волк Ч. П., Новиков Ю. А., Раков А. В.** Калибровка РЭМ с помощью периодической линейной меры микрометрового и субмикрометрового диапазонов // Измерительная техника. 2000. № 4. С. 48—52; **Volk Ch. P., Novikov Yu. A., Rakov A. V.** Sem calibration in the micrometer and submicrometer ranges by means of a periodic linear measure // Measurement Techniques. 2000. V. 43. N 4. P. 346—352.

5. **Голубев С. С., Голубев С. Н.** Метрологические аспекты оценки безопасности наноматериалов // 1-я Междунар. науч. школа «Нано-2009». М., 2009.

6. http://kcdb.bipm.org/appendixC/search.asp?reset=1&met=L; Country=Germany

7. **Волк Ч. П. и др.** Универсальная линейная мера для растровой электронной и атомно-силовой микроскопии // Электронная промышленность. 2000. № 3. С. 60—64.

Дата принятия 01.09.2010 г.

537.533:620.187:539.25

Нанометрология и особенности метрологического обеспечения измерений параметров шероховатости и рельефа наноструктурированных поверхностей

В. Г. ЛЫСЕНКО, В. В. СОЛОВЬЕВ, П. Н. ЛУСКИНОВИЧ, С. Ю. ЗОЛОТАРЕВСКИЙ, К. Л. ГУБСКИЙ

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия, e-mail: 203_vm@vniims.ru

Рассмотрены вопросы метрологического обеспечения измерений параметров шероховатости и рельефа наноструктурированных поверхностей. На основе анализа существующих разработок в области сканирующей зондовой микроскопии дано описание физико-технических характеристик различных средств измерений нанометрового диапазона и показана прослеживаемость их к эталонам единицы длины.

Ключевые слова: *нанометрология, сканирующая зондовая микроскопия, разрешение, калибровка.*

The problems of metrological assurance for roughness and relief of nanostructured surface measurements are considered. On the base of existing types of scanning probe microscopes analysis the description of physical and technical data of different measuring means for nanometer range and the ways of their binding to the length unit standards are presented.

Key words: *nanometrology, scanning probe microscopy, resolution, calibration.*

В последнее десятилетие в метрологии активно развивается новое направление — нанометрология. *Нанометрология линейных измерений (dimensional metrology) — это наука об измерениях в диапазоне 10^{-6} — 10^{-9} м, методах и средствах обеспечения их единства и способах достижения требуемой точности.* Имея в виду это определение, будем в дальнейшем рассматривать только нанометрологию. Нанометрология содержит научные, технические и нормативно-методические основы, которые, в свою очередь, базируются на фундаментальных и прикладных исследованиях измерений длины в диапазоне 10^{-6} — 10^{-9} м.

Сканирующая зондовая микроскопия — техническая основа нанометрологии

Изготовить объекты нанотехнологии можно настолько точно, насколько точно можно их измерить. Поэтому важнейшей технической основой нанотехнологии являются средства измерений (СИ) нанометрового диапазона.

Сканирующие зондовые микроскопы (СЗМ) нельзя в полной мере признать средствами измерений, скорее они являются средствами визуализации поверхностей. Поэтому возникает задача создания на их базе приборов нового уровня, сочетающих в себе достоинства сканирующих микроскопов и позволяющих проводить точные измерения. Для этого, очевидно, сканирующий микроскоп должен быть оборудован тремя шкалами по трем координатным осям, поэтому необходимо применить три интерферометра в качестве измерителей перемещения зонда по трем координатам *x*, *y*, *z*.

Методы сканирующей зондовой микроскопии — одни из самых распространенных на сегодня видов исследований наногеометрии и локальных свойств поверхности. Благодаря активному развитию этого направления за последние несколько лет эти методы из узкоспециальных, дорогостоящих и доступных только отдельным группам исследовате-