

При этом более рационально использована возможность представления результатов телеизмерений при разрядной сетке, ограниченной 10 двоичными разрядами, о чём свидетельствует более плотное применение всей шкалы $Ш_n = [0 - (2^n - 1)] = (0 - 1023)$, отведённой под передачу значений телеметрируемых параметров.

Заключение. Приведённые результаты исследований и прикладного использования нетрадиционного представления данных телеизмерений образами-остатками показали возможность достижения комплексного положительного эффекта. Этот эффект проявляется в обеспечении контроля достоверности передаваемой информации на основе инвариантов в виде групповых свойств равноостаточности, обнаружении и исправлении ошибок и рациональном использовании ограниченной разрядной сетки представления результатов кодирования значений телеметрируемых параметров.

Л и т е р а т у р а

1. ГОСТ 16263–70. ГСИ. Метрология. Термины и определения.

2. Мироновский Л. А. Функциональное диагностирование динамических систем. М., СПб.: МГУ–ГРИФ, 1998.

3. Мироновский Л. А., Слаев В. А. Инварианты в метрологии и технической диагностике // Измерительная техника. 1996. № 6. С. 12–16.

4. Булычёв Ю. Г., Васильев В. В., Джуган Р. В., Кукушкин С. С., Манин А. П., Мацыкин С. В., Насенков И. Г., Потюпкин А. Ю., Челахов Д. М. Информационно-измерительное обеспечение натурных испытаний сложных технических комплексов / Под ред. А. П. Манина, В. В. Васильева. М.: Машиностроение-Полет, 2016.

5. Кукушкин С. С. Теория конечных полей и информатика: В 2 т. Т. 1. Методы и алгоритмы, классические и нетрадиционные, основанные на использовании конструктивной теории об остатках. М.: Военная академия ракетных войск стратегического назначения им. Петра Великого Министерства обороны РФ, 2003.

6. Кукушкин С. С. Конструктивная теорема об остатках и результаты её прикладного использования // Измерительная техника. 1993. № 12. С. 24–28.

Дата принятия: 05.06.2016.

539.25+537.533.35+620.187

Калибровка растровых электронных микроскопов в широком диапазоне увеличений

Р. В. КИРТАЕВ^{1,3}, А. Ю. КУЗИН², В. Г. МАСЛОВ¹, В. Б. МИТЮХЛЯЕВ¹,
П. А. ТОДУА^{1,3}, М. Н. ФИЛИППОВ^{1,3,4}

¹ Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума, Москва, Россия

² Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия

³ Московский физико-технический институт, г. Долгопрудный, Московская обл., Россия

⁴ Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия, e-mail: fgupnicpv@mail.ru

Предложен новый метод калибровки растровых электронных микроскопов в диапазоне увеличений 10–50000 $\times$ с использованием концевой меры и вспомогательной структуры. Применение поверенной концевой меры обеспечивает прослеживаемость результатов калибровки к первичному эталону метра. Для увеличений 1000, 10000 и 50000 $\times$ при калибровке растрового электронного микроскопа S-4800 относительная расширенная неопределённость измерений составила менее 0,14 %.

Ключевые слова: калибровка растрового электронного микроскопа, концевая мера, шаговая структура, прослеживаемость результатов калибровки.

We propose a new method of calibration of SEM magnification in the range of from 10 to 50 000X using the gage block of 4 mm size and auxiliary structure. Auxiliary structure was made as relief structure on the silicon chip and comprises two pitch structures of 100 μ m and 2 μ m pitch value provided that total length of the first pitch structure is 4mm. The use of verified gage block assures traceability of calibration results to the primary standard of meter. Expanded uncertainty of our measurements for 1K, 10K and 50K magnification calibration is not more than 0,14% for SEM S-4800.

Key words: calibration of SEM magnification, gage block, pitch structure, traceability of calibration results.

Для формирования изображений в растровых электронных микроскопах (РЭМ) используют различные режимы их работы: регистрация медленных вторичных электронов; регистрация обратнорассеянных электронов; построение карт распределения химических элементов по интенсивности их характеристического рентгеновского излучения [1]. Детекти-

рование медленных вторичных электронов позволяет реализовать предельное пространственное разрешение РЭМ, при этом увеличения обычно составляют более 1000 $\times$. При детектировании обратнорассеянных электронов и построении карт распределения элементов по интенсивности их характеристического рентгеновского излучения, простран-

ственное разрешение около 1 мкм. В этом случае увеличения будут менее $1000\times$. Практически увеличения изменяются от $10\times$ до $50000\times$. Например, в стандарте [2] регламентирована калибровка РЭМ в указанном диапазоне.

В настоящее время в Российской Федерации отсутствуют меры, предназначенные для калибровки РЭМ в широком диапазоне увеличений, который бы соответствовал всему рабочему диапазону РЭМ, вплоть до значений в несколько десятков крат. Отечественные меры, зарегистрированные в Государственном реестре средств измерений — МШПС-2.0К [3] и меры серии TGZ [4], имеют ограничения по применению при малых увеличениях (менее $1000\times$). Цель настоящей работы — исследование возможности калибровки РЭМ для определения действительных значений увеличений в широком диапазоне $10\text{—}50000\times$ при обеспечении прослеживаемости результатов калибровки к Государственному первичному эталону метра ГЭТ 2—2010. Экспериментальная часть работы выполнена на РЭМ S-4800 (Hitachi, Япония).

Метод измерения. В качестве средств калибровки предлагаются концевая плоскопараллельная мера номинальной длиной 4 мм и специальная вспомогательная структура (ВС). Вспомогательная структура является рельефной, располагается на поверхности кремниевой пластины и имеет вид двух шаговых структур (ШС) с разными параметрами. Первая (ШС-1) состоит из 41 выступа с шагом 100 мкм и общей длиной 4 мм, вторая (ШС-2) — из 51 выступа с шагом 2 мкм; крайние выступы ШС-2 являются выступами № 21, 22 ШС-1.

На первом этапе ВС калибруют с использованием концевой меры. Калибровку осуществляют методом сравнения аттестованной длины концевой меры и расстояния между крайними рельефными элементами ШС-1. Номинальные значения этих величин совпадают, различие действительных значений не должно превышать 1%. В качестве компаратора используется РЭМ: измеряют перемещение по предметному столику микроскопа по оси X из положения X_1 в положение X_2 концевой меры или ВС, при этом получают изображения краев концевой меры или крайних элементов ВС.

Процедура калибровки РЭМ предлагаемым способом состоит из двух этапов: калибровки структур ШС-1 и ШС-2 с применением концевой меры; определения действительных значений увеличения РЭМ и неопределённости калибровки. Первый этап калибровки включает следующие операции.

1. Концевую меру и ВС устанавливают на предметном столике РЭМ так, чтобы на изображении рабочие плоскости концевой меры были ориентированы вертикально и параллельно направлению рельефных элементов ВС, а воображаемые линии, проведённые на изображении через крайние рельефные элементы ШС-1, были параллельны рабочим граням концевой меры. Добиваются параллельности ориентации рабочих плоскостей концевой меры вдоль оси Y механизма перемещения РЭМ. Изображение получают при ускоряющем напряжении РЭМ 1 кВ и увеличении $1000\times$.

2. Механически перемещают предметный столик вдоль оси X из положения X_1 , в котором левая рабочая плоскость концевой меры на изображении при увеличении $1000\times$

проходит через его центр, в положение X_2 , когда правая рабочая плоскость концевой меры располагается максимально близко к центру изображения (растра). По изображению измеряют расстояние N'_i (в пикселах) от положения правой грани концевой меры до центра раstra. Полученное значение считают положительным, если правая грань расположена на изображении правее центра экрана, и отрицательным, если левее. Указанную процедуру повторяют 10 раз, и каждый раз измеряют расстояние от правой грани меры до центра раstra на образце N'_i , где $i = 1, 2, 3, \dots, 10$ — номер измерения. На основании полученных значений N'_i вычисляют среднее квадратическое отклонение (СКО) S' среднего значения N'_i .

3. Выводят в поле зрения левый рельефный элемент шаговой структуры ШС-1 при значении X_1 координаты предметного столика, перемещая предметный столик РЭМ вдоль оси Y. По изображению измеряют расстояние (в пикселах) N''_i вдоль оси X от центра раstra до левого рельефного элемента ШС-1 (принцип выбора знака «плюс» или «минус» приведён выше). Перемещают предметный столик вдоль оси X из положения X_1 в положение X_2 . Измеряют по изображению расстояние (в пикселах) от правого рельефного элемента ШС-1 до центра раstra на образце N''_i , так же уточняя его знак. Измерения повторяют 10 раз, каждый раз определяя значения N''_i , N'''_i , а затем находят СКО S'' среднего значения разности $N'''_i - N''_i$.

4. Последовательно получают 40 изображений при увеличении $1000\times$ и ускоряющем напряжении 15 кВ двух смежных рельефных элементов, образующих шаги № 1, 2, ..., 40 ШС-1.

5. Последовательно получают 25 изображений при увеличении $18000\times$ трёх рельефных элементов, образующих для ШС-2 шаги № 1, 2 (изображение 1), № 3, 4 (изображение 2), ..., № 49, 50 (изображение 25).

В результате обработки 40 изображений структуры ШС-1 определяют в пикселах значения N_i ($i = 1, 2, \dots, 40$) всех шагов. При работе РЭМ S-4800 для этой цели используют программу линейных измерений «CD Measurement Function», входящую в комплект программного обеспечения микроскопа. Измерения каждого шага N_i проводят методом усреднения по 20 строкам, проходящим через рельефные элементы, для каждой строки определяют шаг по пороговому критерию. На основании полученных значений вычисляют СКО S_i среднего результата измерений шага.

Аналогичным образом, после обработки 25 изображений ШС-2 измеряют в пикселах значения n_i ($i = 1, 2, \dots, 25$)

общей длины каждой пары шагов для этой структуры и СКО $\tilde{S}_i$ среднего результата измерений каждой пары.

Значение s пиксела изображения при увеличении $1000\times$ (структура ШС-1) вычисляют из уравнения

$$s \sum_{i=1}^{40} N_i = L_{\text{атт}} + 0,1s \left(\sum_{i=1}^{10} (N'''_i - N''_i) - \sum_{i=1}^{10} N'_i \right), \quad (1)$$

где $L_{\text{атт}}$ — аттестованная длина концевой меры.

Левая часть (1) отражает общую длину шаговой структуры ШС-1, номинальное значение которой совпадает с длиной концевой меры. Второе слагаемое в правой части (1) показывает фактическое отличие длины концевой меры от общей длины шаговой структуры.

Из (1) можно определить общую длину L_n первых n ($n < 40$) шагов (номинальным значением $100n$ мкм) ШС-1 по формуле

$$L_n = L_{\text{атт}} \sum_{i=1}^n N_i / \left[\sum_{i=1}^{40} N_i - 0,1 \left(\sum_{i=1}^{10} (N_i''' - N_i'') - \sum_{i=1}^{10} N_i' \right) \right]. \quad (2)$$

Калибровку ШС-2 осуществляют по аналогичной схеме. Фактическую длину отрезка l_{2m} структуры, соответствующую суммарной длине первых $2m$ ($m = 1, 2, \dots, 25$) шагов (с номинальным значением $4m$ мкм), вычисляют как

$$l_{2m} = L_{\text{атт}} N_{21} \sum_{i=1}^m n_i / \left\{ \left[\sum_{i=1}^{40} N_i - 0,1 \left(\sum_{i=1}^{10} (N_i''' - N_i'') - \sum_{i=1}^{10} N_i' \right) \right] \sum_{i=1}^{25} n_i \right\}. \quad (3)$$

Относительные стандартные неопределённости величин L_n , l_{2m} , оцениваемые по типу А, рассчитывают по формулам

$$u_A(L_n) = \sqrt{\left(\sum_{i=1}^{40} S_i^2 + S'^2 + S''^2 \right) / \left(\sum_{i=1}^{40} N_i \right)^2 + \sum_{i=1}^n S_i^2 / \left(\sum_{i=1}^n N_i \right)^2}; \quad (4)$$

$$u_A(l_{2m}) = \sqrt{\left(\sum_{i=1}^{40} S_i^2 + S'^2 + S''^2 \right) / \left(\sum_{i=1}^{40} N_i \right)^2 + \sum_{i=1}^m \tilde{S}_i^2 / \left(\sum_{i=1}^m n_i \right)^2} \rightarrow \\ \rightarrow \sum_{i=1}^{25} \tilde{S}_i^2 / \left(\sum_{i=1}^{25} n_i \right)^2 + S_{21}^2 / N_{21}^2. \quad (5)$$

При оценке стандартной неопределённости u_B измерений по типу В для параметров ВС необходимо учитывать её составляющие, связанные с погрешностью аттестации $u_{B \text{ атт}}$ концевой меры; неоднородностью $u_{B \text{ нд}}$ концевой меры; неточностью определения края концевой меры по изображению (значения N_i') $u_{B \text{ кр}}$; дрейфом увеличения РЭМ за время измерений параметров ВС $u_{B \text{ др}}$.

Для относительной расширенной неопределённости измерений одного или нескольких шагов ВС (L_n или l_{2m} из (2) или (3), соответственно) справедливы (при уровне доверия $P \approx 0,95$ и допущении нормального распределения) равенства

$$U(L_n) = 2 \sqrt{[u_A(L_n)]^2 + [u_B]^2}; \quad (6)$$

$$U(l_{2m}) = 2 \sqrt{[u_A(l_{2m})]^2 + [u_B]^2}. \quad (7)$$

Параметры структуры ШС-1 можно применять при калибровке РЭМ в диапазоне увеличений примерно от $10^{\times}$ до $1\,000^{\times}$. При больших (в диапазоне 1000 — $50\,000^{\times}$) увеличениях необходимо использовать параметры структуры ШС-2. В общем случае для повышения точности калибровки необходимо последовательно получать изображения смежных шагов или групп шагов (структур ШС-1 или ШС-2) с номерами $j = 1, 2, \dots, k$, суммарной длиной

$$L_{\text{изм}} = \sum_{j=1}^k l_j', \quad (8)$$

где l_j' — длина одного или суммарная длина нескольких шагов структуры (ШС-1 или ШС-2), измеренная по изображению при номинальном увеличении. Также в процессе обработки изображений находят СКО среднего результата измерений S_j''' ($j = 1, 2, \dots, k$).

Действительное значение увеличения РЭМ при номинальном значении M_0 можно определить как

$$M = M_0 L_{\text{изм}} / L_n; \quad (9)$$

$$M = M_0 L_{\text{изм}} / l_{2m} \quad (10)$$

при использовании для калибровки структур ШС-1, ШС-2, соответственно. При этом L_n , l_{2m} из (2), (3) соответственно, должны соответствовать $L_{\text{изм}}$, определяемой по (8).

Расширенная неопределённость калибровки (в относительных единицах) будет

$$U_k = 2 \sqrt{\sum_{j=1}^k (S_j''')^2 / L_{\text{изм}}^2 + U^2 / 4}, \quad (11)$$

где $U = U(L_n)$ из (6), если при калибровке применяют ШС-1 и $U = U(l_{2m})$ из (7), если ШС-2.

Выражение (11) справедливо при условии, что калибровку РЭМ проводят непосредственно перед измерениями исследуемого объекта (время между измерениями и калибровкой не более 2 ч), т. е. можно пренебречь возможным дрейфом увеличения. При этом предполагают, что исследуемый объект установлен по высоте так, что рабочие отрезки исследуемого объекта и структуры ВС отличаются не более чем на половину шага ($0,05$ мм) перемещения предметного столика по оси Z. Это необходимо для устранения влияния гистерезиса объективной линзы на погрешность измерений, поскольку условия фокусировки изменяются незначительно при переходе от калибровки к измерениям.

Экспериментальная часть. В качестве концевой меры использовали керамическую меру длины концевую плоскопараллельную номинальным значением 4 мм (Mitutoyo Corporation, Япония), серия 516, зарегистрированную в Государственном реестре средств измерений. Такой выбор объясняется немагнитными свойствами меры, исключающими взаимодействие электронного зонда с её магнитным полем, что характерно, например, для стальной концевой меры. В процессе предварительных испытаний последней на РЭМ S-4800 было установлено, что из-за особой конструкции (semi-in-lens) объективной линзы этого микроскопа происходит намагничивание стальной концевой меры, вызывая искажение параметров сканирования электронного зонда.

Для предотвращения накопления статического заряда, индуцируемого электронным зондом РЭМ, на поверхности керамической концевой меры формировали плёнку золота толщиной 5 нм методом магнетронного напыления в вакууме на установке Sample Preparation System Q150T S/E/ES (Quorum Technologies). Толщину напыляемой плёнки контролировали встроенным внутри камеры датчиком с кварцевым резонатором. Влиянием напыления на геометрические параметры концевой меры в дальнейшем пренебрегаем.

Была изготовлена ВС в виде рельефной структуры на поверхности (100) кремниевой пластины посредством фор-

мирования канавок трапецеидальной формы глубиной 0,5 мкм и длиной 6 мкм с применением электронной литографии и анизотропного травления кремния.

В результате проведённых измерений были получены следующие параметры (в скобках указаны значения для заводской калибровки РЭМ S-4800, для S_i , $\tilde{S}_i$, N'_i , N''_i — N''_i приведены средние значения): $S_i = 0,6$ пикселей (0,03 мкм); $S' = 4,0$ пикселей (0,2 мкм); $N'_i = 42$ пикселя (2,1 мкм); $S'' = 1,2$ пикселя (0,06 мкм); N''_i — $N''_i = 24$ пикселя (1,2 мкм); $\tilde{S}_i = 1,1$ пикселя (0,003 мкм).

Для оценки неопределённости, возникающей при установлении края концевой меры по изображению (значения N'_i), рассчитывали область взаимодействия электронов пучка с энергией 1 кэВ для концевой меры, изготовленной из ZrO_2 . Радиус $r_{\text{вых}}$ области выхода через поверхность обратнорассеянных электронов для сфокусированного первичного пучка определяли в соответствии с [5]: $r_{\text{вых}} = 0,01$ мкм, поэтому оценка относительной стандартной неопределённости $u_{B \text{ кр}}$, связанной с неточностью определения края концевой меры по изображению, составляет

$$u_{B \text{ кр}} = 2r_{\text{вых}} / (L_{\text{атт}} \sqrt{3}) \approx 3 \cdot 10^{-6}. \quad (12)$$

Относительные стандартные неопределённости $u_{B \text{ атт}}$ и $u_{B \text{ нд}}$, связанные с погрешностью аттестации концевой меры и её неоднородностью, не превышают значений $2,5 \cdot 10^{-5}$ согласно сертификату фирмы-производителя.

Для оценки дрейфа увеличения провели серию из 5 измерений шага 100 мкм структуры ШС-1 через временной интервал 60 мин и определили максимальное изменение измеряемого шага за то же время. Таким образом, оценка относительной стандартной неопределённости $u_{B \text{ др}}$, связанной с дрейфом увеличения РЭМ, составит

$$u_{B \text{ др}} = 10^{-4}. \quad (13)$$

В итоге относительная суммарная стандартная неопределённость по типу В измерений параметров структур ШС-1 и ШС-2 составляет

$$u_B = \sqrt{u_{B \text{ атт}}^2 + u_{B \text{ нд}}^2 + u_{B \text{ кр}}^2 + u_{B \text{ др}}^2} \approx 10^{-4}. \quad (14)$$

На основе проведённых измерений получены значения расширенной неопределённости измерений одного или нескольких шагов структуры ВС: $U(L_n) < 0,06\%$ ($1 \leq n \leq 40$); $U(I_2) = 0,16\%$; $U(I_{10}) = 0,1\%$.

Калибровку для увеличений 1 000, 10 000, 50 000 $\times$ при ускоряющем напряжении 15 кВ и рабочем отрезке 10 мм выполняли по следующей схеме:

для увеличения 1000 $\times$ получали изображение 1-го шага структуры ШС-1, по которому находили $L_{\text{изм}} = 99,98$ мкм и СКО среднего результата измерений $S''_j = 0,03$ мкм;

для увеличения 10000 $\times$ получали два изображения группы из пяти шагов структуры ШС-2: первое — группы с 1-го по

5-й шаг, второе — группы с 6-го по 10-й шаг, определяли по (11) длину $L_{\text{изм}} = 19,95$ мкм, СКО среднего результата измерений $S''_1 = 0,003$ мкм и $S''_2 = 0,003$ мкм и вычисляли I_{10} по (3);

для увеличения 50000 $\times$ получали последовательно 10 изображений шагов с 1-го по 10-й структуры ШС-2, по которым находили $I'_1, I'_2, \dots, I'_{10}$ по (11), затем $L_{\text{изм}} = 19,78$ мкм; S''_j ($j = 1, 2, \dots, 10$).

Обработка результатов измерений по формулам (2)–(14) дала следующие результаты при действительных значениях увеличений M и расширенной неопределённости измерений в процессе калибровки U_k : $M = 999,8$, $U = 0,08\%$ (номинальное увеличение 1000 $\times$); $M = 9973$, $U = 0,1\%$ (номинальное увеличение 10000 $\times$); $M = 49,45 \cdot 10^3$, $U = 0,14\%$ (номинальное увеличение 50000 $\times$).

Заключение. Предложен способ калибровки РЭМ с целью определения действительных значений увеличений в диапазоне 10–50000 $\times$ с использованием в качестве средства калибровки концевой меры длины номинальным значением 4 мм. Поскольку указанная мера внесена в Государственный реестр средств измерений, то при условии предварительной поверки меры её применение обеспечит прослеживаемость результатов калибровки к ГЭТ 2—2010. Экспериментальные исследования данного метода калибровки при увеличениях 1 000, 10 000 и 50 000 $\times$ показали его реализуемость. Относительная расширенная неопределённость измерений при калибровке с помощью РЭМ S-4800 для перечисленных увеличений составила не более 0,14%.

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ в рамках реализации Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы» (соглашение №14.576.21.0027, уникальный идентификатор прикладных научных исследований (проекта) RFMEFI57614X0027).

Литература

1. Дж. Гоулдстейн, Д. Ньюбери, П. Эчлин, Д. Джой, Ч. Фиори, Э.Лифшин. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. М.: Мир, 1984.
2. ASTM E 766-98 (2008). Standard Practice for Calibration the Magnification of a Scanning Electron Microscope.
3. Новиков Ю. А., Озерин Ю. В., Плотников Ю. И., Раков А. В., Тодуа П. А.. Линейная мера микрометрового и нанометрового диапазонов для растровой электронной и атомно-силовой микроскопии // Труды ИОФАН. 2006. Т. 62. С. 36–76.
4. Гоголинский К., Усеинов А., Кузнецов А., Решетов В., Голубев С. Метрологическое обеспечение измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне // Наноиндустрия. 2012. №1. С. 48–52.
5. Kanaya K., Okayama S. Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets // J. Phys. D. 1972. V. 5. No. 1. P. 43–58.

Дата принятия: 28.09.2016.