

УДК 006.91:621.385.833.28

А.С. Шантир

ПІДВИЩЕННЯ ТОЧНОСТІ КАЛІБРУВАННЯ РАСТРОВОГО ЕЛЕКТРОННОГО МІКРОСКОПА В НАНОМЕТРОВОМУ ДІАПАЗОНІ ВИМІРЮВАННЯ

Запропоновано вдосконалити методику калібрування растрових електронних мікроскопів у діапазоні 10^9 - 10^6 м, яка забезпечує автоматичне визначення масштабного коефіцієнта відеозображення та ефективного діаметру електронного зонда. Запропонована методика дає змогу автоматизувати процес калібрування, підвищити його точність і забезпечити впровадження концепції невизначеності вимірювань.

Ключові слова: растровий електронний мікроскоп, невизначеність вимірювань, калібрування, апроксимація функціями Хевісайда.

A. S. Shantyr

IMPROVING CALIBRATION ACCURACY OF SCANNING ELECTRON MICROSCOPE IN NANOMETER MEASUREMENT RANGE

Proposed improvement of calibration method for scanning electron microscopes in range 10^9 - 10^6 m, which provides automatic estimations of videoimage scaling factor and effective diameter of electron probe. Proposed method allows automation of calibration process, improves its accuracy and provides implementation of measurement uncertainty concept.

Keywords: scanning electron microscope, uncertainty of measurement, calibration, approximation with Heaviside function.

А.С. Шантырь

ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ КАЛИБРОВКИ РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА В НАНОМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Предложена усовершенствованная методика калибровки растровых электронных микроскопов в диапазоне 10^9 - 10^6 м, обеспечивающая автоматическое определение масштабного коэффициента видеоизображения и эффективного диаметра электронного зонда. Предложенная методика позволяет автоматизировать процесс калибровки, повысить ее точность и обеспечить внедрение концепции неопределенности измерений.

Ключевые слова: растровый электронный микроскоп, неопределенность измерений, калибровка, аппроксимация функциями Хэвисайда.

Швидкий розвиток нанотехнологій, зокрема наноелектроніки, потребує відповідних промислових засобів вимірювання лінійних розмірів нанорозмірних об'єктів. Таким засобом є растровий електронний мікроскоп (РЕМ). На сьогодні кількість типів растрових електронних мікроскопів обчислюється сотнями. Ці мікроскопи мають широкий спектр функціональних можливостей, проте через відсутність метрологічного забезпечення переважна більшість з них є засобами візуалізації поверхні, а не засобами вимірювання лінійних розмірів [1].

Тепер активно розробляються методики калібрування РЕМ, зокрема в РФ розроблено ГОСТ Р 8.636-2007, який встановлює методику калібрування РЕМ в діапазоні 10^9 - 10^6 м з використанням лінійної міри.

За встановленою методикою визначаються масштабний коефіцієнт відеозображення m та ефективний діаметр електронного зонда d виходячи з координат точок вигину інформативного сигналу [2].

Недоліком стандарту є те, що не встановлено порядок визначення точок вигину інформативного сигналу, і вони визначаються оператором, тим самим вносячи суб'єктивні похибки (рис. 1). При цьому у розрахунках невизначеності результатів калібрування не враховують суб'єктивні похибки оператора, які можуть мати важливе значення.

Метою статті є вдосконалення методики калібрування РЕМ в діапазоні 10^9 - 10^6 м за ГОСТ Р 8.636-2007 шляхом автоматизації визначення метрологічних характеристик з метою усунення суб'єктивної похибки та підвищення точності калібрування.

© Шантир А.С., 2012

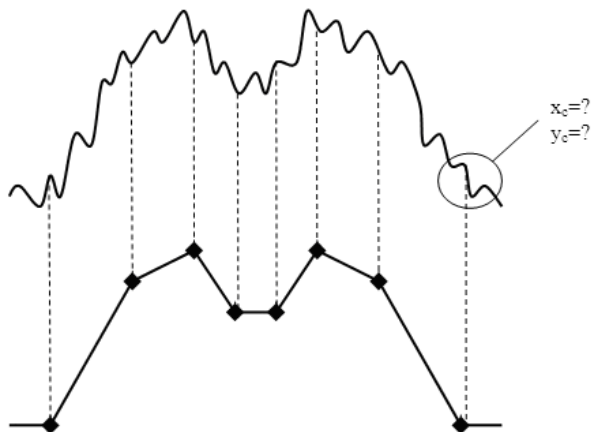


Рис. 1. Точки вигину вимірювального сигналу

В ході вирішення проблеми калібрування РЕМ розробляються і виробляються лінійні міри. До цих мір висуваються особливі вимоги обумовлені принципом вимірювання РЕМ, зокрема, стійкість поверхні до критичних умов (вакуум, енергія електронного пучка ~ 100 KeV). Лінійні міри мають бути виготовлені за ГОСТ Р 8.628-2007 та перевірені за ГОСТ Р 8.629-2007. Для мінімізації похибок вимірювання, обумовлених особливостями конструкції РЕМ та малодослідженими механізмами генерації вторинних електронів як лінійні міри використовуються структури з трапецієвидним профілем і великими ($>6^\circ$) кутами нахилу бокових поверхонь. Відповідною лінійною мірою є МШПС-2,0К з кутом нахилу бокових поверхонь $35,36^\circ$. Її можна розглядати як універсальну лінійну міру (для визначення масштабного коефіцієнта відеозображення, ефективного діаметра електронного зонда, лінійності сканування) для калібрування РЕМ.

Міру у МШПС-2,0К виготовлено на поверхні кремнію за технологією мікроелектроніки (анізотропне травлення монокристалічного кремнію) – на площі 1×1 мм² в чотирьох кутах квадрата та в його центрі розміщено 5 модулів, кожний модуль містить по 3 крокові структури з 11Гц канавок (10 виступів) з номінальним кроком $2 \mu\text{m}$, кожна. Фотографії МШПС-2,0К, виконані на РЕМ при різних збільшеннях, показано на рис.2 [3].

Схема сигналу РЕМ, який формується під час сканування МШПС-2,0К та перетин відповідного виступу профілю показано на

рис. 3. Контрольні точки і точки вигину позначені у відповідності до ГОСТ Р 8.636-2007.

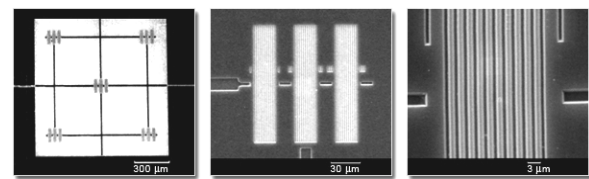


Рис. 2. Фотографії МШПС-2,0К, виконані на РЕМ при різних збільшеннях

На рис. 3 позначено: x_p – період крокової структури; a – значення проекції похилої поверхні виступу (наведене в паспорті на стандартний зразок); A_L , A_R – відстані між контрольними точками; D_L , D_R – відстані між вигинами; h_1 , h_2 , $h_1/2$, $h_2/2$ – відстані відмічені по осі ординат.

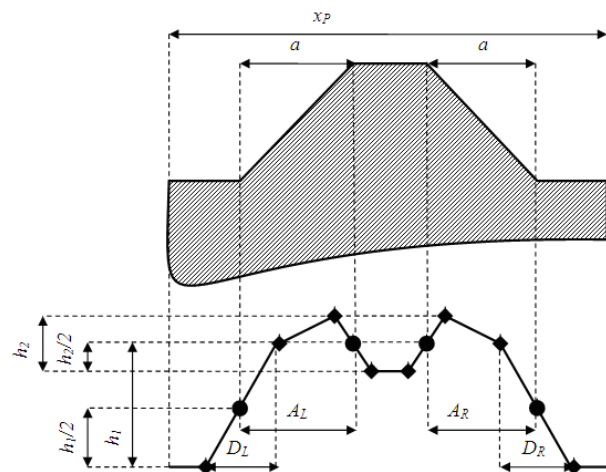


Рис. 3. Схема сигналу РЕМ та перетин відповідного виступу профілю МШПС-2,0К: ● – контрольні точки; ■ – точки вигину.

У відповідності з ГОСТ Р 8.636-2007 калібрування в діапазоні $10^{-9}..10^{-6}$ м проводиться в п'ять етапів.

1. Підготовка до калібрування:

- вибір міри та її елементів, підготовка міри до використання у відповідності до вимог інструкції з експлуатації;
- підготовка РЕМ до роботи у відповідності до вимог інструкції з експлуатації;
- встановлення рельєфної міри на робочий стіл РЕМ;
- підготовчі операції у відповідності до інструкції з експлуатації РЕМ;
- визначення області розташування міри при збільшенні РЕМ в діапазоні 20–100;

підвищення збільшення РЕМ до значення появи обраного для калібрування елемента міри;

перевірка та коректування встановлення міри на робочому столі РЕМ у відповідності з інструкцією з експлуатації (паралельність вертикальної осі зображення відносно перпендикуляра до поверхні міри, паралельність площини міри відносно напрямку рядкової розгортки РЕМ за умовою $D_L = D_R$);

встановлення параметрів вимірювання та збільшення РЕМ таким чином, щоб відстані A_L, A_R становили більше 200 піксель.

2. Проведення вимірювань у відповідності з інструкцією з експлуатації РЕМ; результати вимірювань оформляються у вигляді протоколу довільної форми.

3. Обробка результатів вимірювань:

обчислення координат контрольних точок;

обчислення значень допоміжних відрізків;

обчислення масштабного коефіцієнта m (нм/піксель);

обчислення ефективного діаметра електронного зонда d (нм).

4. Оцінка невизначеності вимірювань – сумарні стандартні невизначеності вимірювання масштабного коефіцієнта $u_c(m)$ та ефективного діаметра електронного зонда $u_c(d)$ обчислюються

$$u_c(m) = \frac{\sqrt{4 \cdot u^2(a) + m^2 \cdot (u^2(A_L) + u^2(A_R))}}{A_L + A_R},$$

$$u_c(d) = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{(D_L^2 + D_R^2) \cdot u^2(m) + 2 \cdot m^2 \cdot (u^2(D_L) + u^2(D_R))}{}}$$

де $u(a)$ – стандартна невизначеність вимірювання проекції похилої стінки виступу (за паспортом міри); $u(A_L), u(A_R)$ – стандартні невизначеності відстаней між контрольними точками (при рівномірному квантуванні сигналу РЕМ приймаються рівними 0,5 піксель); $u(D_L), u(D_R)$ – стандартні невизначеності відстаней між точками вигину (при рівномірному квантуванні сигналу РЕМ приймаються рівними 0,5 піксель).

5. Оформлення результатів калібрування – результати калібрування оформлюються у

вигляді сертифікату (за формою, встановленою правилами ПР 50.2.016-94), також робиться калібрувальний знак на РЕМ та запис у паспорт РЕМ; результатом калібрування є значення масштабного коефіцієнта РЕМ та ефективного діаметра електронного зонда РЕМ з вказаними значеннями їх невизначеностей.

У відповідності до ГОСТ Р 8.636-2007 калібрування РЕМ мають проводити штатні співробітники метрологічних служб підприємств, акредитованих в установленому порядку на проведення калібрувальних робіт за правилами ПР 50.2.018-95. Співробітники мають бути професійно підготовленими, мати досвід роботи з РЕМ і знати вимоги ГОСТ Р 8.636-2007. Проте стандарт не надає вказівок щодо визначення оператором точок вигину та контрольних точок. Суб'єктивна похибка оператора не врахована у виразах для обчислення невизначеності.

Пропонується вдосконалити методику шляхом включення алгоритму автоматичного визначення масштабного коефіцієнта відеозображення та ефективного діаметра електронного зонда, який усуває суб'єктивну похибку, шляхом автоматизації визначення точок вигину. Алгоритм наведено на рис. 4.

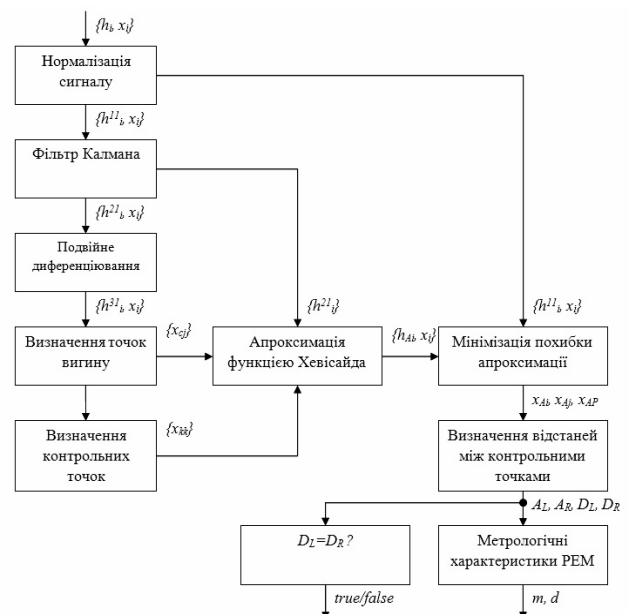


Рис. 4. Методика калібрування РЕМ в діапазоні 10^{-9} – 10^{-6} м

Розглянемо окремі елементи алгоритму.

Нормалізація сигналу має на меті усунення лінійного тренду, обумовленого можливою непаралельністю вертикальної осі зображення відносно перпендикуляра до поверхні міри після позиціонування міри засобами, передбаченими в РЕМ. Нормалізація виконується методом найменших квадратів. Нормалізований сигнал

$$h^{11}_i = h^{12}_i = h_i - (k \cdot x_i + b),$$

$$\text{де } k = \frac{n \sum x_i h(x_i) - \sum x_i \sum h(x_i)}{n \sum x_i^2 - \left(\sum x_i \right)^2},$$

$$b = \frac{\sum h(x_i) - k \sum x_i}{n} \text{ – коефіцієнти лінійної залежності.}$$

Фільтр Калмана. Мета – фільтрації згладжування сигналу без викривлення його форми. Використання традиційних фільтрів нижніх частот призводить до викривлення регулярної складової сигналу у точках, координати яких є вихідними для визначення метрологічних характеристик. Тому для згладжування сигналу обрано саме фільтр Калмана, який позбавлений цього недоліку.

Подвійне диференціювання проводиться для виділення точок вигину, які є екстремумами другої похідної сигналу РЕМ. Виконується за традиційною різницевою схемою:

$$h_i^{31} = h_i^{21(2)} = \frac{h_{i+1}^{21} - 2h_i^{21} + h_{i-1}^{21}}{\Delta x^2} + O(\Delta x^2),$$

де $O(\Delta x^2) = -\frac{\Delta x^2}{12} h_i^{21(4)} + \dots$ – похибка диференціювання; Δx – поточна роздільна здатність РЕМ.

Враховуючи похибку обчислень, запишемо граничне теоретичне значення повної похибки диференціювання

$$\Delta_{diff} = \frac{\Delta x^2}{12} h_i^{21(4)} + \frac{4\varepsilon}{\Delta x^2} |h_i^{21}|,$$

де ε – граничне значення відносної похибки обчислення h_i^{21} , з урахуванням типу дійсного `double` мови програмування `Delphi` $\varepsilon \approx 10^{-15..16}$.

На рис. 5 показано схеми сигналів h_i^{21} , h_i^{31} .

Визначення точок вигину та контрольних точок. З рис. 5 видно, що у разі ідеального вхідного сигналу сигнал h_i^{31} є послідовністю імпульсів різної полярності. Координати вершин імпульсів по осі абсцис є координатами точок вигину, які можуть бути визначені з точністю Δx . Координати по осі абсцис контрольних точок обчислюються виходячи з координат точок вигину:

$$x_{k1} = \frac{x_{c1} + x_{c2}}{2}, \quad x_{k2} = \frac{x_{c3} + x_{c4}}{2},$$

$$x_{k3} = \frac{x_{c5} + x_{c6}}{2}, \quad x_{k4} = \frac{x_{c7} + x_{c8}}{2}.$$

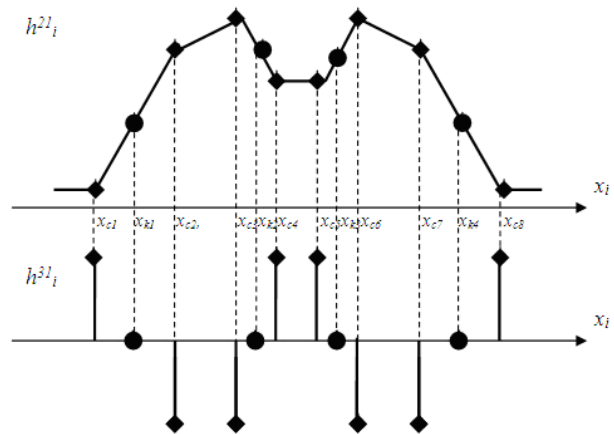


Рис. 5. Сигнали h_i^{21} , h_i^{31} :

● – контрольні точки; ■ – точки вигину

Апроксимація функціями Хевісайда. При скануванні МШПС-2,0К сигнал РЕМ можна представити як адитивну суму регулярної h_i^R та випадкової h_i^N складових: $h_i = h_i^R + h_i^N$. Регулярна складова обумовлена формою профілю лінійної міри і особливостями принципу вимірювання. Період регулярної складової можна наближено подати сумою функції Хевісайда:

$$h_i^R = \sum_{j=1}^6 h_{ij}^R,$$

де

$$h_{i1}^R = \text{tg}(\alpha_1) \cdot (x_i - x_{c1}) \cdot (x_i - x_{c1}) - \text{tg}(\alpha_1) \cdot (x_i - x_{c2}) \cdot (x_i - x_{c2}),$$

$$\begin{aligned}
 h_{i2}^R &= \operatorname{tg}(\alpha_2) \cdot (x_i - x_{c2}) \cdot (x_i - x_{c2}) - \\
 &- \operatorname{tg}(\alpha_2) \cdot (x_i - x_{c3}) \cdot (x_i - x_{c3}), \\
 h_{i3}^R &= \operatorname{tg}(\alpha_3) \cdot (x_i - x_{c4}) \cdot (x_i - x_{c4}) - \\
 &- \operatorname{tg}(\alpha_3) \cdot (x_i - x_{c3}) \cdot (x_i - x_{c3}), \\
 h_{i4}^R &= \operatorname{tg}(\alpha_3) \cdot (x_i - x_{c5}) \cdot (x_i - x_{c5}) - \\
 &- \operatorname{tg}(\alpha_3) \cdot (x_i - x_{c6}) \cdot (x_i - x_{c6}), \\
 h_{i5}^R &= \operatorname{tg}(\alpha_2) \cdot (x_i - x_{c7}) \cdot (x_i - x_{c7}) - \\
 &- \operatorname{tg}(\alpha_2) \cdot (x_i - x_{c6}) \cdot (x_i - x_{c6}), \\
 h_{i6}^R &= \operatorname{tg}(\alpha_1) \cdot (x_i - x_{c8}) \cdot (x_i - x_{c8}) - \\
 &- \operatorname{tg}(\alpha_1) \cdot (x_i - x_{c7}) \cdot (x_i - x_{c7}),
 \end{aligned}$$

α_j – кути нахилу ділянок сигналу;

x_k – абсциси точок вигину,

$$\begin{aligned}
 \operatorname{tg}(\alpha_1) &= \frac{h_{c2}^{21'}}{x_{c2} - x_{c1}}, \operatorname{tg}(\alpha_2) = \frac{h_{c3}^{21'} - h_{c2}^{21'}}{x_{c3} - x_{c2}}, \\
 \operatorname{tg}(\alpha_3) &= \frac{h_{c4}^{21'} - h_{c3}^{21'}}{x_{c4} - x_{c3}}.
 \end{aligned}$$

Ординати точок вигину визначаються з сигналу $h_i^{21'}$.

Випадкова складова обумовлена недосконалостями поверхні міри і випадковими похибками вимірювання, її можна наближено записати як нормально розподілену випадкову величину. В даному випадку випадкова складова не враховується (приймається рівною 0).

Апроксимація сигналу РЕМ

$$h_{Ai} = h_i^R = \sum_{j=1}^6 h_{ij}^R$$

моделює ідеальний вимірювальний сигнал РЕМ з метою подальшої мінімізації похибок.

Мінімізація похибки апроксимації реалізується шляхом корегування координат контрольних точок по осі абсцис в діапазоні ± 2 рх. Загалом, діапазон може задаватися довільно, проте значення відхилення не має бути меншим за похибку внесу попередньою цифровою обробкою сигналу. Критерієм мінімальної похибки є мінімальне значення дисперсії величини:

$$\xi = \{h_i^{11} - h_{Ai}\}.$$

Визначення відстаней між контрольними точками. Для визначення масштабного коефіцієнта відеозображення та ефективного діаметра електронного зонда потрібно визначити відстані між точками вигину D_L , D_R та контрольними точками A_L , A_R :

$$\begin{aligned}
 D_L &= x_{c2} - x_{c1}, D_R = x_{c8} - x_{c7}, A_L = x_{k2} - x_{k1}, \\
 A_R &= x_{k4} - x_{k3}.
 \end{aligned}$$

Слід зазначити, що розрахунки координат контрольних точок не використовують координати y (як запропоновано в стандарті), що мінімізує невизначеність обчислення координат x .

Метрологічні характеристики РЕМ. ГОСТ Р 8.636-2007 встановлює масштабний коефіцієнт відеозображення, ефективний діаметр електронного зонда метрологічними характеристиками РЕМ. Масштабний коефіцієнт

$$m = \frac{a}{A_L + A_R}.$$

Ефективний діаметр електронного зонда обчислюється за формулою

$$d = m \frac{D_L + D_R}{2}.$$

Отримані значення можна вважати достовірними за умови $D_L = D_R$ (зразок встановлено таким чином, що напрямок рядкової розгортки паралельний площині міри). Показано, що суттєвими є похибки визначення координат точок вигину вимірювального сигналу РЕМ оператором. Запропоновано алгоритм автоматичного визначення масштабного коефіцієнта відеозображення та ефективного діаметра електронного зонда для вдосконалення методики калібрування РЕМ в діапазоні $10^{-9}..10^{-6}$ м за ГОСТ Р 8.636-2007. Алгоритм забезпечує підвищення точності калібрування РЕМ шляхом усунення похибки визначення координат точок вигину оператором.

Вдосконалена методика може бути реалізована програмно на базі ЕОМ і використана для автоматизації процесу калібрування РЕМ.

Список використаної літератури

1. Неежмаков К. П. Перспективы развития нанометрологии в Украине с использованием растровых электронных микроскопов / К. П. Неежмаков // Системы обработки информации. – 2011. – № 6(96) – С. 181–184.

2. Государственная система обеспечения единства измерений. Микроскопы электронные растровые. Методика калибровки: ГОСТ Р 8.636-2007. – [действующий от 2007-10-20]. – М.: Стандартиформ, 2008. – 7 с. – Национальный стандарт РФ.

3. Линейная мера микрометрового и нанометрового диапазонов для растровой электронной и атомно-силовой микроскопии / Ю. А. Новиков, Ю. В. Озерин, Ю. И. Плотников, А. В. Раков, П. А. Тодуа // Труды института общей физики им. А.М. Прохорова. – 2006. – Т. 62. – С. 36–76.



Шантир
Антон Сергійович,
аспірант каф. автоматизації експериментальних досліджень Нац. техн. ун-ту України «Київський політехнічний інститут»

Отримано 15.05.2012

References

1. Neyezhnikov K. Development of nanometrology in Ukraine using of scanning electron microscopes / K. Neyezhnikov // Information processing systems. – 2011. – № 6 (96) – P. 181–184 [in Russian].

2. State system for ensuring unity of measurements. Scanning electron microscopes. Methods of calibration: GOST R 8.636-2007. – [acts from 10/20/2007]. – Moscow: Standartinform, 2008. – 7. – National Standard of the Russian Federation [in Russian].

3. Novikov Y. Linear measure micrometers and nanometer ranges rovogo distribution centers for electronic and atomic force micro-scopy / Y. Novikov, Y. Ozerin, Y. Plotnikov, A. Rakov, P. Todua // Works of A. Prokhorov institute of general physics. – 2006. – V. 62 – P. 36-76 [in Russian].