Razvoj etalona hrapavosti za nanomjeriteljstvo

Baršić, Gorana

Doctoral thesis / Disertacija

2011

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:965294

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-04-20**

Repository / Repozitorij:

Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

RAZVOJ ETALONA HRAPAVOSTI ZA NANOMJERITELJSTVO

Doktorska disertacija

Mentor:
dr. sc. Sanjin Mahović, red. prof.

Gorana Baršić, dipl. ing.

Zagreb, 2011.

PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU:

UDK: 006.91:531.711

Ključne riječi: etaloni hrapavosti, nanomjeriteljstvo, obnovljivost, mjerno jedinstvo,
roughness standards, nanometrology, reproducibility, measurement unity

Znanstveno područje: TEHNIČKE ZNANOSTI

Znanstveno polje: STROJARSTVO

Institucija u kojoj je rad izrađen: Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

Mentor rada: dr. sc. Sanjin Mahović, red. prof.

Broj stranica: 145

Broj slika: 106

Broj tablica: 32

Broj korištenih bibliografskih jedinica: 36

Datum obrane: 10.05.2011.

Povjerenstvo: dr. sc. Sanjin Mahović, red. prof.
dr. sc. Vedran Mudronja, red. prof.
dr. sc. Biserka Runje, izv. prof.
dr. sc. Zdravko Schauperl, izv. prof.
dr. sc. Hrvoje Zorc, viši znan. suradnik

Institucija u kojoj je rad pohranjen: Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAHVALA

Zahvaljujem mentoru prof. dr. sc. Sanjinu Mahoviću na savjetima i korisnim raspravama tijekom izrade ovog rada.

Prof. dr. sc. Vedranu Mudronji, izv. prof. Biserki Runje i izv. prof. Zdravku Schauperlu zahvaljujem na pomoći i podršci prilikom istraživanja.

Dr. sc. Hrvoju Zorcu hvala na korisnim savjetima i sudjelovanju pri realizaciji etalona.

Veliku pomoć u provedbi istraživanja dugujem i dr. sc. Gian B. Picottu, dr. sc. Mohamed A. Ameru, dr. sc. Georgu Jakopicu, dr.sc. Mile Ivandi i dr. sc. Marku Kralju.

Posebno zahvaljujem svojoj obitelji na razumijevanju i potpori.

SADRŽAJ

PREDGOVOR…… I

SAŽETAK …… II

SUMMARY…… III

POPIS SLIKA…… IV

POPIS TABLICA…… VIII

POPIS OZNAKA…… X

1 UVOD…… 1

2 RAZVOJ NANOMJERITELJSTVA…… 5

3 MJERNI UREĐAJI U NANOMJERITELJSTVU…… 9

3.1 Skenirajući mikroskopi…… 10

3.1.1 Mikroskopi sa skenirajućom sondom…… 10

3.1.2 Skenirajući elektronski mikroskop…… 14

3.2 Optički uređaji…… 18

3.2.1 Uređaji na principu detekcije fokusa…… 18

3.2.2 Interferometrijski mikroskopi…… 21

3.2.3 Elipsometri…… 26

3.3 Uređaji s ticalom…… 33

3.4 Usporedba značajki skupina mjernih uređaja…… 37

4 ETALONI U PODRUČJU MIKRO- I NANOMJERITELJSTVA…… 38

4.1 Pregled značajki dostupnih etalona …… 38

4.2 Referentni etaloni hrapavosti LFSB-a…… 48

5 ISPITIVANJE ZNAČAJKI POSTOJEĆIH ETALONA HRAPAVOSTI LFSB-a…… 51

5.1 Referentni etaloni hrapavosti LFSB-a…… 51

5.2 Usporedbeno mjerenje dubine brazde …… 52

5.3 Analiza rezultata mjerenja…… 59

6 PRIJEDLOG NOVOG REFERENTNOG ETALONA HRAPAVOSTI…….. 65

6.1 Izbor materijala…….. 65

6.2 Odabir mjernih površina ……..…… 67

6.2.1 Mjerna površina sa slijedom pravokutnih brazdi……... 68

6.2.2 Mjerna površina sa širokim brazdama……..… 71

6.3 Odabir veličine etalona…… 72

6.4 Odabir materijala prevlake…….. 74

6.4.1 Nanošenje tanke prevlake kroma…….. 75

7 ISPITIVANJE ZNAČAJKI NOVOG REFERENTNOG ETALONA HRAPAVOSTI…… 87

7.1 Ispitivanje značajki etalona prije nanošenja tankog sloja kroma……... 89

7.1.1 Rezultati mjerenja elipsometrom……..... 89

7.1.2 Rezultati mjerenja mikroskopom atomskih sila (AFM)…… 91

7.1.3 Rezultati mjerenja elektroničko-mehaničkim uređajem s ticalom……... 95

7.2 Ispitivanje značajki etalona nakon prevlačenja tankim slojem kroma…….... 98

7.2.1 Rezultati mjerenja mikroskopom atomskih sila (AFM)…… 98

7.2.2 Rezultati mjerenja interferencijskim mikroskopom…….. 101

7.2.3 Rezultati mjerenja elektroničko-mehaničkim uređajem s ticalom…….. 105

7.2.4 Rezultati mjerenja kontaktnim uređajem s ticalom…….. 107

7.2.5 Rezultati mjerenja mikroskopom tunelirajućih struja (STM)……... 113

7.3 Analiza ostvarenih rezultata mjerenja novih etalona……. 115

8 MJERNA NESIGURNOST U POSTUPKU UMJERAVANJA DUBINE BRAZDE INTERFEROMETRIJSKOM METODOM…… 121

8.1 Modifikacija interferencijskog mikroskopa *Epival-Interphako*……..….. 121

8.2 Proračun mjerne nesigurnosti metodama GUM i MCS……... 125

8.3 Proračun mjerne nesigurnosti u postupku umjeravanja dubine brazde interferometrijskom metodom…….. 127

8.3.1 Matematički model…… 127

8.3.2 Nesigurnost mjerenja dubine brazde metodom pravih razlomaka $u(d_{fit})$…….. 128

8.3.2.1 Standardna nesigurnost mjerenja pravih razlomaka $u(F_r)$…….. 129

8.3.2.2 Standardna nesigurnost mjerenja valne duljine izvora svjetlosti $u_c(\lambda)$..... 129

8.3.2.3 Standardna nesigurnost indeksa loma zraka $u(n)$……... 129

8.3.2.4 Sastavljena standardna nesigurnost metode mjerenja pravih razlomaka $u_c(d_{fit})$……..... 130

8.3.3 Nesigurnost uslijed utjecaja geometrije brazde $u(\delta L_f)$ 130

8.3.4 Nesigurnost uslijed utjecaja aperture $u(\delta L_\Omega)$……..…. 131

8.3.5 Standardna nesigurnost ponovljivosti očitanja korištenog softvera za analizu interferograma $u(\delta L_s)$…….…….. 131

8.3.6 Sastavljena standardna nesigurnost $u_c(d)$……..... 132

8.3.7 Proračun mjerne nesigurnosti primjenom MCS…….…… 133

9 ZAKLJUČAK…… 137

LITERATURA…….…... 141

ŽIVOTOPIS ……..…….…… 144

BIOGRAPHY …….…... 145

PREDGOVOR

Razvoj znanosti i tehnologije kroz povijest neraskidivo je bio vezan s razvojem mjeriteljstva. Ulazak tehnologije u nano područje postavio je pred mjeriteljstvo nove izazove. Jedan od razloga jest činjenica da materijali kakve poznajemo pokazuju bitno drugačija svojstva kada im je jedna ili više dimenzija na razini nanometra. Više nego ikad prije u nano području primjenjiva je teza „ako ne možeš izmjeriti, ne možeš niti proizvesti".

U području nanomjeriteljstva postoji cijeli niz različitih mjernih metoda kojima smo danas u mogućnosti dobiti uvid u strukturu materijala na molekularnoj i atomskoj razini. No, da bi mogli provesti pouzdana kvantitativna mjerenja te ostvarene mjerne rezultate dovesti u vezu s međunarodno usvojenim sustavom mjernih jedinica, nužno je utvrditi sustav mjernog jedinstva u području nanomjeriteljstva.

Uz nedostatak sustava normizacije etalona, u području nanomjeriteljstva poseban problem predstavljaju poteškoće pri usporedbi rezultata ostvarenih različitim mjernim metodama.

Sve zemlje uključene u razvoj nanotehnologije svjesne su nužnosti daljnjeg intenzivnog rada i istraživanja u cilju normizacije etalona, i s tim u svezi osiguravanja sljedivosti i mjernog jedinstva na svjetskoj razini.

Stoga razvoj etalona u području dimenzionalog nanomjeriteljstva, a koji će biti mjerljiv na gotovo cjelokupnoj mjernoj opremi u tom području predstavlja značajan doprinos razvoju nanomjeriteljstva.

Rezultati ostvareni u ovom radu omogućuju ravnopravan priključak Hrvatske u dimenzionalno nanomjeriteljstvo na svjetskoj razini te njezino aktivno sudjelovanje u CIPM MRA (*International Committee for Weights and Measures Mutual Recognition Agreement*) usporedbama i međunarodnim znanstvenim projektima u navedenom području.

Gorana Baršić

SAŽETAK

U Laboratoriju za precizna mjerenja dužina (LFSB) 1986. godine razvijeni su referentni etaloni hrapavosti. Tijekom godina višestruko je potvrđivana izuzetna razina kvalitete mjeriteljskih značajki tih etalona. Međutim, posebice u zadnjem desetljeću, ostvaren je značajan razvoj nanotehnologije, a time i razvoj nove mjerne opreme za provođenje mjerenja na nanometarskoj skali. Postojeći etaloni LFSB-a glede dimenzija, tehnologije izrade te mjeriteljskih značajki ne mogu u punoj mjeri osigurati mjeriteljske zahtjeve u nano području.

S tim u svezi, LFSB je 2008. godine pokrenuo EURAMET Projekt 1012 *Limitations of measuring methods for the depth of the groove* u suradnji s Nacionalnim mjeriteljskim institutima Italije i Egipta. Cilj Projekta bio je utvrditi eventualna ograničenja u postupku mjerenja dubine brazde na referentnim etalonima LFSB-a, koristeći različitu suvremenu mjeriteljsku opremu. Usporedno provedena je detaljna analiza mjeriteljskih značajki etalona koji se danas koriste u području mikro i nanomjeriteljstva.

U disertaciji je, temeljem rezultata ostvarenih unutar EURAMET Projekta 1012 i nalaza istraživanja značajki etalona, predložen novi model referentnog etalona. Etalon je fizički realiziran u suradnji s tvrtkom *MicroMasch* i Institutom Ruđer Bošković. Komparativna prednost razvijenog etalona prema ostalim etalonima u području nanomjeriteljstva jest činjenica da je razvijeni etalon mjerljiv na gotovo cjelokupnoj mjernoj opremi u navedenom području. Time su se osigurali uvjeti za utvrđivanje obnovljivosti rezultata ostvarenih različitim mjernim metodama.

Jedan od ciljeva ovog rada je i smanjenje mjerne nesigurnosti u postupku mjerenja dubine brazde interferencijskom metodom u LFSB-u. Iz tog razloga u LFSB-u je provedena modifikacija interferencijskog mikroskopa *Epival-Interphako* kojim je značajno povećana točnost i preciznost mjernog sustava. Proračunom mjerne nesigurnosti u postupku mjerenja dubine brazde novih etalona na modificiranom interferencijskom mikroskopu ostvarena je očekivana razina mjerne nesigurnosti u iznosu od U = 0,9 nm; k = 2; P = 95 %.

Ključne riječi: nanomjeriteljstvo, standardizacija, obnovljivost, mjerna nesigurnost.

SUMMARY

In the Laboratory for precise measurements of length (LFSB) in 1986 the roughness reference standards were developed. Over the years an exceptional level of measurement features quality of these standards has been confirmed. However, especially in the last decade there was a remarkable development of nanotechnology, and thus the development of new measuring equipment for measurements at the nano scale. The existing LFSB roughness reference standards regarding their size, production technology, and calibration features cannot fully ensure metrological requirements in the nano area.

In the year 2008 LFSB launched the EURAMET Project 1012, "Limitations of methods for measuring the depth of the groove," in cooperation with national metrology institutes from Italy and Egypt. The project aimed to identify limitations in the procedure of measuring the groove depth on the LFSB roughness reference standards, using various modern metrological equipment. At the same time, a detailed analysis of the metrological characteristics of standards that are used today in the field of micro and nanometrology has been conducted.

Based on the results obtained within EURAMET Project 1012, and the findings of the standards research, a new model of the roughness reference standard has been proposed. In cooperation with company MicroMasch, and the Ruder Bošković Institute the standard has been physically realized. Comparative advantage of the new standard compared to other standards in the field of nanometrology is the fact that the developed standard is measurable on almost all measuring equipment in the specified area. This has assured the conditions for determining the reproducibility of the results obtained by different measuring methods.

One of the aims of this study is the reduction of the uncertainties in the procedure of groove depth measurements using interference method. For that reason, in LFSB a modifications of the interferometrical microscope Epival-Interphako have been carried out, that significantly increased the accuracy and precision of the measurement system.

Uncertainty budget calculation in the procedure of groove depth measurements on new standards using modified interference microscope achieved the expected level of uncertainty in the amount of U = 0,9 nm, k = 2, P = 95%.

Key words: nanometrology, standardization, reproducibility, measurement uncertainty.

POPIS SLIKA

Slika 2.1 Mjerna područja uređaja u mikro- i nanomjeriteljstvu
Slika 3.1 Uređaji za mjerenje topografije površine
Slika 3.2 Skenirajući tunelirajući mikroskop (STM)
Slika 3.3 Površina Fe (001) s nečistoćama kroma snimljena STM-om
Slika 3.4 Osnovni dijelovi AFM-a
Slika 3.5 AFM poluga i sonda proizvedeni od silicij-nitrida mikrotehnološkim metodama
Slika 3.6 Osnovni način rada skenirajućeg elektronskog mikroskopa
Slika 3.7 Shematski prikaz putanja zraka (elektrona) za sistem dvije leće SEM-a
Slika 3.8 Prikaz međudjelovanja snopa elektrona i uzorka
Slika 3.9 Prikaz mehanizma detekcije fokusa
Slika 3.10 Prikaz mehanizma diferencijalne detekcije
Slika 3.11 Prikaz mehanizma konfokalne metode
Slika 3.12 Konstruktivna i destruktivna interferencija
Slika 3.13 Princip Michelsonovog interferometra
Slika 3.14 Konfiguracija VLS interferencijskog uređaja
Slika 3.15 Princip PSI
Slika 3.16 Shematski način prikazivanja nepolariziranog vala svjetlosti
Slika 3.17 Uobičajeni način prikazivanja linearno polariziranih valova
Slika 3.18 Uobičajeni način prikazivanja kružno polariziranog vala
Slika 3.19 Uobičajeni način prikazivanja eliptično polariziranog vala.
Slika 3.20 Projekcija eliptično polariziranog vala svjetlosti
Slika 3.21 Poincaréova kugla
Slika 3.22 Stanja polarizacije prikazana na Poincaréovoj kugli
Slika 3.23 Optička shema elipsometra AUTOEL-III
Slika 3.24 Konstrukcija uređaja s ticalom
Slika 3.25 Metode 3D mjerenja sustava s ticalima
Slika 4.1 Etalon dubine brazde - Tip A1
Slika 4.2 Etalon hrapavosti - Tip C1
Slika 4.3 Mjerne površine
Slika 4.4 Mjerna površina s tri široke brazde
Slika 4.5 Mjerna površina sa slijedom pravokutnih brazdi
Slika 5.1 Interferencijski mikroskop *Epival-Interphako*
Slika 5.2 Elipsometar *AutoEL IV*
Slika 5.3 Elektroničko-mehanički uređaj s ticalom *Perthometer C5D*

Slika 5.4 Uređaj s ticalom *Talystep 1*
Slika 5.5 AFM Thermomicroscope *Autoprobe CP*
Slika 5.6 Interferometar *Zygo NewView 200*
Slika 5.7 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 100 nm
Slika 5.8 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 240 nm
Slika 5.9 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 860 nm
Slika 5.10 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 1600 nm
Slika 5.11 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 2100 nm
Slika 5.12 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 2700 nm
Slika 5.13 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 4100 nm
Slika 5.14 Mjerna područja
Slika 5.15 Prikaz etalona mjerenog u NANO 2 interkomparaciji
Slika 6.1 Formiranje sloja SiO_2 na Si pločici
Slika 6.2 Igla ticala
Slika 6.3 Geometrijski odnosi u slučaju kada je dubina brazde manja od granične
Slika 6.4 Karakteristične veličine brazde Tipa A1
Slika 6.5 Model novog etalona
Slika 6.6 Shematski prikaz fizikalnog nanošenja iz parne faze
Slika 6.7 Etalon s nanesenom prevlakom kroma
Slika 6.8 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm, površina s tri široke brazde. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO2
Slika 6.9 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm, površina s tri široke brazde. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom
Slika 6.10 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO_2
Slika 6.11 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom
Slika 6.12 Etalon nazivne dubine brazde 200 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO_2
Slika 6.13 Etalon nazivne dubine brazde 200 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom
Slika 6.14 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO_2
Slika 6.15 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom
Slika 6.16 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm, površina s tri široke brazde. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO_2

Slika 6.17 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm, površina s tri široke brazde. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom

Slika 6.18 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm. Interferogram primarne strukture Si/SiO_2

Slika 6.19 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm. Interferogram na površini prevučenoj kromom

Slika 6.20 Etalon nazivne dubine brazde 200 nm. Interferogram primarne strukture Si/SiO_2

Slika 6.21 Etalon nazivne dubine brazde 200 nm. Interferogram na površini prevučenoj kromom

Slika 6.22 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm. Interferogram primarne strukture Si/SiO_2

Slika 6.23 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm. Interferogram na površini prevučenoj kromom

Slika 6.24 Interferogram etalona nazivne dubine brazde 50 nm

Slika 6.25 Površina prevučena kromom na etalonu nazivne dubine 800 nm

Slika 6.26 Prijelaz između površina sa i bez prevlake kroma na etalonu nazivne dubine 800 nm

Slika 7.1 Novi etalon

Slika 7.2 Presjek novog etalona

Slika 7.3 a) 2D prikaz etalona oznake REH 20/1 snimljenog AFM-om
b) Profili na snimljenom etalonu

Slika 7.4 a) 2D prikaz etalona oznake REH 50/1 snimljenog AFM-om
b) Profili na snimljenom etalonu

Slika 7.5 3D prikaz novog etalona nazivne dubine brazde 20 nm

Slika 7.6 Profil hrapavosti snimljen na etalonu oznake REH 20/1

Slika 7.7 Profil hrapavosti snimljen na etalonu oznake REH 50/1

Slika 7.8 Mehaničko oštećenje na mjernoj površini etalona REH 50/1

Slika 7.9 a) 2D prikaz etalona oznake REH 50/1 snimljenog AFM-om nakon prevlačenja
b) Profili na snimljenom etalonu
c) 3D prikaz etalona

Slika 7.10 a) 2D prikaz etalona oznake REH 20/1 snimljenog AFM-om nakon prevlačenja
b) Profili na snimljenom etalonu
c) 3D prikaz etalona

Slika 7.11 a) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1 (mjerna površina bez oštećenja)

Slika 7.11 b) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1 (mjerna površina s oštećenjem)
Slika 7.12 a) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1 - brazda širine 100 μm
b) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1 - brazda širine 40 μm
c) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1 - brazda širine 5 μm
Slika 7.13 a) Interferogram na etalonu oznake REH 20/2 - brazda širine 100 μm
b) Interferogram na etalonu oznake REH 20/2 - brazda širine 40 μm
c) Interferogram na etalonu oznake REH 20/2 - brazda širine 5 μm
Slika 7.14 a) Interferogram na etalonu oznake REH 50/2 - brazda širine 100 μm
b) Interferogram na etalonu oznake REH 50/2 - brazda širine 40 μm
Slika 7.14 c) Interferogram na etalonu oznake REH 50/2 - brazda širine 5 μm
Slika 7.15 Profil snimljen na etalonu oznake REH 20/2 (mjerna površina sa slijedom brazdi)
Slika 7.16 Profil snimljen na etalonu oznake REH 50/2 (mjerna površina sa slijedom brazdi)
Slika 7.17 Profil snimljen na mjernoj površini sa slijedom brazdi etalona oznake REH 20/2
Slika 7.18 Dio profila snimljen na mjernoj površini etalona oznake REH 20/2
Slika 7.19 Prikaz mjerenja dubine brazde na etalonu oznake REH 20/2
Slika 7.20 Profil snimljen na mjernoj površini sa slijedom brazdi etalona oznake REH 50/2
Slika 7.21 Dio profila snimljen na mjernoj površini etalona oznake REH 50/2
Slika 7.22 Brazde širine 5 μm na etalonu oznake REH 50/2
Slika 7.23 Profil snimljen na mjernoj površini etalona bez prevlake kroma
Slika 7.24 Segment brazde snimljen STM-om
Slika 7.25 Profil brazde snimljen STM-om
Slika 7.26 Zbirni rezultati mjerenja dubine brazde etalona REH 20/1 i REH 20/2
Slika 7.27 Zbirni rezultati mjerenja dubine brazde etalona REH 50/1 i REH 50/2
Slika 8.1 Prikaz dvostruko poprečno zamaknute slike brazde nakon razdvajanja Shearingovom metodom
Slika 8.2 Interferogram snimljen na mikroskopu *Epival-Interphako*
Slika 8.3 Interferogram snimljen na modificiranom mikroskopu *Epival-Interphako*
Slika 8.4 Interferogram sa srednjim linijama ucrtanim softverom
Slika 8.5 *Monte Carlo* simulacija mjernog sustava
Slika 8.6 Funkcije gustoće vjerojatnosti *g(d)* za etalon nazivne dubine brazde 20 nm
Slika 8.7 Funkcije gustoće vjerojatnosti *g(d)* za etalon nazivne dubine brazde 50 nm

POPIS TABLICA

Tablica 3.1 Usporedba značajki različitih skupina mjernih uređaja

Tablica 4.1 Tipovi i nazivi etalona za umjeravanje sukladno ISO 5436-1:1996

Tablica 4.2 Pregled etalona u području mikro- i nanomjeriteljstva

Tablica 4.3 Nazivne dimenzijske karakteristike niza referentnih etalona hrapavosti

Tablica 5.1 Sudionici, mjerne metode, instrumenti i sljedivost

Tablica 5.2 Rezultati mjerenja dubine brazdi

Tablica 5.3 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 100 nm

Tablica 5.4 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 240 nm

Tablica 5.5 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 860 nm

Tablica 5.6 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 1600 nm

Tablica 5.7 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 2100 nm

Tablica 5.8 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 2700 nm

Tablica 5.9 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 4100 nm

Tablica 6.1 Rezultati mjerenja dubina brazdi

Tablica 7.1 Rezultati mjerenja debljine sloja SiO_2 i Si_3N_4 elipsometrom

Tablica 7.2 Rezultati mjerenja dubina brazdi novih etalona AFM-om

Tablica 7.3 3D parametri hrapavosti na etalonima prije kromiranja

Tablica 7.4 Rezultati mjerenja parametara hrapavosti na etalonu oznake REH 20/1

Tablica 7.5 Rezultati mjerenja parametara hrapavosti na etalonu oznake REH 50/1

Tablica 7.6 3D parametri hrapavosti na etalonu REH 50/1 nakon kromiranja

Tablica 7.7 Rezultati interferencijskih mjerenja dubine brazde na etalonu REH 20/1

Tablica 7.8 Rezultati interferencijskih mjerenja dubine brazde na etalonu REH 50/1

Tablica 7.9 Rezultati interferencijskih mjerenja dubine brazde na etalonima REH 20/2 i REH 50/2

Tablica 7.10 Parametri hrapavosti na etalonu REH 20/2

Tablica 7.11 Parametri hrapavosti na etalonu REH 50/2

Tablica 7.12 Rezultati mjerenja 3D parametara na STM-u

Tablica 7.13 Sumarni rezultati mjerenja dubine brazde

Tablica 7.14 Rezultati mjerenja 2D parametara hrapavosti

Tablica 7.15 Rezultati mjerenja 3D parametara hrapavosti

Tablica 8.1 Sastavnice standardne nesigurnosti u postupku umjeravanja dubine brazde interferencijskom metodom

Tablica 8.2 Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti u postupku simulacije veličine d za etalon nazivne dubine brazde d = 20 nm

Tablica 8.3 Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti u postupku simulacije veličine d za etalon nazivne dubine brazde d = 50 nm

POPIS OZNAKA

a	nm	amplituda
c_i		koeficijent osjetljivosti
d	nm	dubina brazde
d_o	mm	promjer katode elektronskog snopa
En		faktor slaganja
f_o	mm	žarišna udaljenost
F_r		pravi razlomak (dio cijele pruge interferencije)
$g(x_i)$		funkcija gustoće vjerojatnosti izlazne veličine
h_g	µm	granična dubina brazde
I	A	električna struja
I_O	A	jakost struje snopa elektrona
k		faktor pokrivanja
M		broj simulacija
n		indeks loma zraka
N		broj zavoja zavojnice
P	%	vjerojatnost
r	µm	radijus igle ticala
R	nm	raspon rezultata mjerenja
Ra	nm	srednje aritmetičko odstupanje profila
Rz	nm	najveća visina neravnina profila
RSm	µm	srednja širina elementa profila
s	nm	procijenjeno standardno odstupanje
Sa	µm	srednje aritmetičko odstupanje površine
Sq	µm	korijen srednjeg kvadratnog odstupanja površine
Sz	µm	najveća visina neravnina površine
U	nm	proširena mjerna nesigurnost
$u(x_i)$		standardna nesigurnost procjena ulaznih veličina
$u_c(y)$		sastavljena standardna nesigurnost
X_i		ulazna veličina

x_i		procjena ulazne veličine
x_g	μm	granični pomak igle ticala
Y		mjerena izlazna veličina
W	μm	širina brazde
α	°	radijus konusa stošca ticala
λ	nm	valna duljina svjetlosti u vakuumu
λ_c	nm	granična vrijednost valne duljine prijenosne funkcije električnog filtra (*cut-off*)
δL_f		utjecaj geometrije brazde
δL_Ω		utjecaj aperture
δL_s		ponovljivost očitanja
Δ	°	razlika faza reflektirane i upadne zrake svjetlosti
ε	°	eliptičnost
κ		cijeli broj pruga interferencije
Ψ	°	odnos amplitude reflektirane i upadne zrake svjetlosti

1 UVOD

Mogućnost mjerenja vrlo malih dimenzija od vitalnog je značaja u području mikro i nanotehnologije. Razvojem nanotehnologije osigurale su se nanometarske tolerancije pri realizaciji nanometarskih i mikrometarskih struktura.

U području mikromjeriteljstva zahtjevi za referentne etalone propisani su normom *ISO 5436-1 Geometrical Product Specifications (GPS) -- Surface texture: Profile method; Measurement standards -- Part 1: Material measures* [1]. Navedena norma postavila je temelje normizacije etalona u području mikromjeriteljstva, dok su osigurane sljedivosti popraćene usvojenim razinama mjernih nesigurnosti.

Intenzivnim razvojem nanotehnologije razvile su se i nove mjerne metode s mogućnošću nanometarskog razlučivanja čime se pojavio problem nedostatka referentnih etalona u nano području. Nadalje u području nanomjeriteljstva poseban problem predstavljaju i poteškoće u osiguravanju obnovljivosti rezultata mjerenja ostvarenih primjenom različitih mjernih uređaja, odnosno mjernih metoda.

Sve zemlje uključene u razvoj nanotehnologije svjesne su nužnosti daljnjeg intenzivnog rada i istraživanja u cilju standardizacije etalona i s tim u svezi osiguravanja sljedivosti i mjernog jedinstva na svjetskoj razini.

Od 1986. godine Laboratorij za precizna mjerenja dužina koristi referentne etalone hrapavosti koji su osmišljeni u LFSB-u, a u suradnji s Tvornicom poluvodiča Radio industrije Zagreb etaloni su i fizički realizirani. Niz godina ti su etaloni bili primjenjivi kao umjerni etaloni za svu mjernu opremu kojom se mjeri hrapavost površina. No, sa značajnim razvojem mjerne opreme u području dimenzionalnog nanomjeriteljstva, značajke postojećih etalona LFSB-a više nisu dostatne, posebice s aspekta zahtijevanih razina mjernih nesigurnosti u postupku mjerenja dubine brazde.

Iskustvo u modeliranju, postupku izrade te dvadesetogodišnje iskustvo s referentnim etalonima LFSB-a razlozi su zašto se upravo na njihovoj bazi razvija novi niz referentnih etalona hrapavosti.

Na tragu utvrđene problematike postavljena je i hipoteza ove disertacije koja se može sažeti u sljedećem: Izuzetnom kvalitetom mjeriteljskih značajki novog etalona osigurat će se jedan od bitnih preduvjeta za osiguravanje sljedivosti rezultata mjerenja ostvarenih na mjernim uređajima u području ispod 50 nm na svjetskoj razini mjernih nesigurnosti. Očekuje se da će mjerna nesigurnost u postupku mjerenja dubine brazde iznositi U = 1 nm; k = 2; P = 95 %. Osim toga, razvojem etalona osigurat će se uvjeti za utvrđivanje obnovljivosti rezultata ostvarenih različitim mjernim metodama.

S razvijenim etalonom Hrvatska će se moći ravnopravno uključiti u dimenzionalno nanomjeriteljstvo na svjetskoj razini te aktivno sudjelovati u CIPM MRA usporedbama i u međunarodnim znanstvenim projektima u navedenom području.

Postojeći etaloni LFSB-a, a na čijoj će se bazi razvijati novi niz etalona, izrađeni su na bazi monokristala silicija, gdje su postupkom planarne tehnologije ostvarene dvije mjerne površine:

- površina sa slijedom pravokutnih SiO_2 brazdi;
- površina s tri pravokutne široke SiO_2 brazde.

Mjerna površina sa slijedom pravokutnih brazdi služi za reprodukciju parametara hrapavosti, dok je druga mjerna površina etalon dubine. Na rubne dijelove mjernih površina nanijet je tanki sloj zlata kako bi se ostvarili uvjeti za interferencijsko mjerenje. Na tako realiziranim etalonima dubina brazde se može mjeriti kontaktnom metodom, najčešće koristeći elektroničko-mehaničke uređaje s ticalom, te interferencijskom metodom. Posredno, mjereći debljinu SiO_2 sloja elipsometrijskom metodom, može se doći do informacije o dubini brazde d. No s obzirom na činjenicu da pri mjerenju dubine brazde moramo koristiti različito izrađene mjerne površine obzirom na različite mjerne metode, javlja se pitanje koliko na mjerni rezultat utječe sama mjerna površina, a koliko mjerna metoda, odnosno mjerni uređaj.

Nadalje u zadnja dva desetljeća bilježi se i snažan razvoj mjerne opreme u području nanomjeriteljstva. Zbog navedenog odlučeno je utvrditi vrijednosti odstupanja u rezultatima mjerenja dubina brazdi koristeći različite mjerne

metode. Kako bi se što veći broj mjernih uređaja, odnosno mjernih metoda uključilo u ovo istraživanje, LFSB je 2008. godine pokrenuo *EURAMET Project 1012 Limitations of measuring methods for the depth of the groove* u suradnji s Nacionalnim mjeriteljskim institutima Italije i Egipta.

U prvom dijelu istraživanja provedeno je mjerenje sedam etalona različitih nazivnih dubina brazdi. Mjerenje dubina brazdi provedeno je na šest različitih mjernih uređaja (interferencijskom mikroskopu, elipsometru, na dva uređaja s ticalom, mikroskopu atomskih sila, te na mikroskopu s bijelom svjetlošću).

U drugom dijelu rada provedeno je istraživanje mjeriteljskih značajki etalona za umjeravanje mjerne opreme u području nanomjeriteljstva. S obzirom na ostvarene rezultate u prvom dijelu disertacije i nalaze istraživanja značajki etalona, u drugom dijelu disertacije je predložen model novog referentnog etalona hrapavosti u području nanomjeriteljstva.

Očekuje se da odstupanja vertikalnih komponenti mjernih struktura novog etalona ne prelaze 1 nm na cijeloj mjernoj površini. Postavljeni zahtjev na ujednačenost mjernih površina osigurat će se planarnom tehnologijom formiranjem brazdi u silicijevom-dioksidu na bazi monokristala silicija. Nadalje izvršene su izmjene glede veličine samog etalona, raspona dubina brazdi, veličine koraka, veličine mjernih površina. Zbog transparentnosti SiO_2 sloja na ostvarenu Si/SiO_2 strukturu nanijet je tanki sloj kroma kojim su se osigurali uvjeti za optička mjerenja te mjerenja koja zahtijevaju vodljivost mjerne površine. Odabrani materijal prevlake udovoljava zahtjevima na visoka mehanička svojstva te dobru prionjivost, uz zadržavanje primarne geometrije Si/SiO_2 strukture iste razine odstupanja od paralelnosti i ravnosti.

U trećem dijelu disertacije očekivane mjeriteljske značajke etalona su i eksperimentalno potvrđene.

Paralelno, s razvojem poboljšanog etalona, u LFSB-u je provedena i modifikacija interferencijskog mikroskopa *Epival-Interphako*. Modifikacija se sastojala od primjene *CCD* kamere *Olympus DP 70* s 12,5 megapiksela te zamjene originalnog izvora svjetlosti mikroskopa-halogene lampe s jodno

stabiliziranim helij-neon laserom. Za potrebe analize interferograma u LFSB-u je razvijen program za analizu slike.

U radu je proveden i proračun mjerne nesigurnosti u postupku interferencijskog mjerenja dubine brazde poboljšanog etalona na modificiranom interferometrijskom mikroskopu. Proračun je proveden u skladu sa zahtjevima norme *ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* iz 2008. godine [2]. U cilju validacije ostvarenih rezultata, izvršena je i procjena mjerne nesigurnosti primjenom *Monte Carlo* simulacija (MCS).

2 RAZVOJ NANOMJERITELJSTVA

Richard P. Feynman je na godišnjoj skupštini Udruge američkih fizičara 1959. godine održao izlaganje pod naslovom "Ima dovoljno prostora na dnu" ("There's a Plenty of Room at the Bottom") [3]. U proteklih pola stoljeća nebrojeno su puta znanstvenici iznova potvrđivali Feynmanovu izjavu.

Nanotehnologija doslovno predstavlja bilo koju tehnologiju u području nano skale. Termin nanotehnologije obuhvaća proizvodnju i primjenu fizikalnih, kemijskih i bioloških sustava veličine atoma ili molekula submikrometarske veličine, kao i integraciju različitih nanostruktura u veće sustave. Predviđa se da će nanotehnologija na početku 21. stoljeća imati utjecaj na gospodarstvo i društvo u cijelosti kao i razvoj poluvodičke industrije te informatičke tehnologije. Znanstvena istraživanja u području nanotehnologije velike nade polažu u razvoj područja kao što su materijali, nanoelektronika, medicina, energija, biotehnologija i informatička tehnologija. Predviđa se da će upravo nanotehnologije biti iduća industrijska revolucija [4].

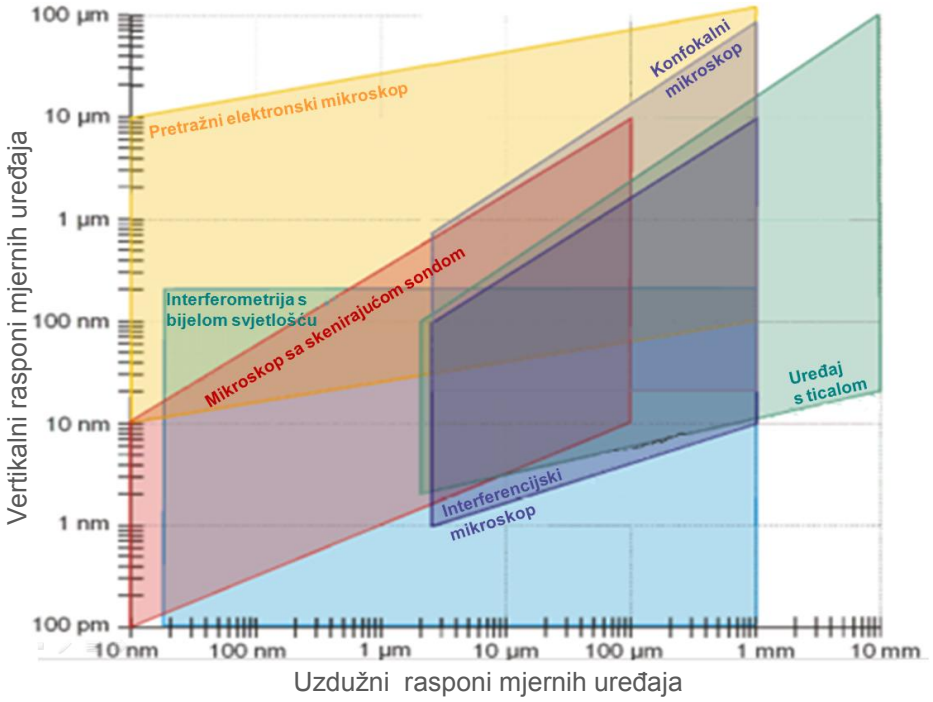
Iako se termin nanomjeriteljstva prvi put upotrijebio 1988. godine u članku autora M. S. Werdee [5] objavljenom u *Surface Topography*, njegova definicija još uvijek nije u cijelosti jasna i potpuna. Godine 1992. E. C. Teague iz NIST-a definirao je nanomjeriteljstvo kao znanost mjerenja tvorevina s nesigurnošću od nanometra ili manje [6]. Godine 2002. Radna grupa dimenzionalnog mjeriteljstva (*Work Group on Dimensional Metrology - WGDM*) pri Savjetodavnom tijelu za duljinu (*Consultative Committee for Length - CCL*) predložila je sljedeću definiciju nanomjeriteljstva: "Dimenzionalno nanomjeriteljstvo je znanost i praksa mjerenja dijelova objekata, udaljenosti i pomaka u području od 1 nm do 1000 nm" [7].

No početkom 2010. godine Radna grupa *Co-Nanomet* zadužena za strategiju razvoja nanomjeriteljstva u Europi definirala je da je područje interesa projekata u okviru programa *Co-Nanomet* mjerenje i karakterizacija struktura materijala s barem jednom dimenzijom manjom ili jednakoj 100 nm [8].

Co-Nanomet razlikuje sedam područja unutar nanomjeriteljstva, a to su:

- dimenzionalno nanomjeriteljstvo;
- kemijsko nanomjeriteljstvo;
- mjerenje svojstava tankih slojeva;
- mjerenja nanostrukturiranih materijala i površina;
- mjerenje mehaničkih svojstava u nanopodručju;
- mjerenje električnih svojstava u nanopodručju;
- biološko nanomjeriteljstvo.

Područje interesa ovog rada je dimenzionalno nanomjeriteljstvo. U zadnja dva desetljeća bilježi se i snažan razvoj mjerne opreme u području nanomjeriteljstva, posebice razvoj pretražnih mikroskopa čija je razlučivost na razini od 0,1 nm. Na slici 2.1 prikazana su mjerna područja uzduž površine, te poprečno na površinu mjerne opreme u području mikro- i nanomjeriteljstva [9].



Slika 2.1 Mjerna područja uređaja u mikro- i nanomjeriteljstvu

Proizvođači mjerne opreme uz uređaj isporučuju i etalon osmišljen upravo za taj mjerni uređaj kojim se provjerava i podešava točnost uređaja. Osim toga na tržištu je i nekoliko proizvođača etalona za umjeravanje mjerne opreme u području dimenzionalnog nanomjeriteljstva. U pravilu su ti etaloni namijenjeni pojedinačnim skupinama mjernih uređaja kao što su interferencijski mikroskopi, uređaji s ticalom, elektronski mikroskopi ili mikroskopi s pretražnim sondama.

U području nanomjeriteljstva poseban problem predstavljaju i poteškoće u osiguravanju obnovljivosti rezultata mjerenja ostvarenih na različitim mjernim uređajima (metodama). Navedeno je bilo motiv za pokretanje tri međunarodna usporedbena mjerenja u području nanomjeriteljstva (NANO2, NANO3 i NANO4), a koja su provedena između 1999. i 2002. godine. Međunarodne usporedbe organizirala je Radna skupina za dimenzionalno mjeriteljstvo pri Savjetodavnom odboru za duljinu. Valja naglasiti da su sudionici tih interkomparacija bili redom nacionalni mjeriteljski instituti. U interkomparacijama NANO2 i NANO4 po prvi puta su bili uključeni i mikroskopi s pretražnim sondama. Odlični rezultati usporedbi omogućili su sudionicima referencu pri procjenjivanju mjernih nesigurnosti [10, 11, 12].

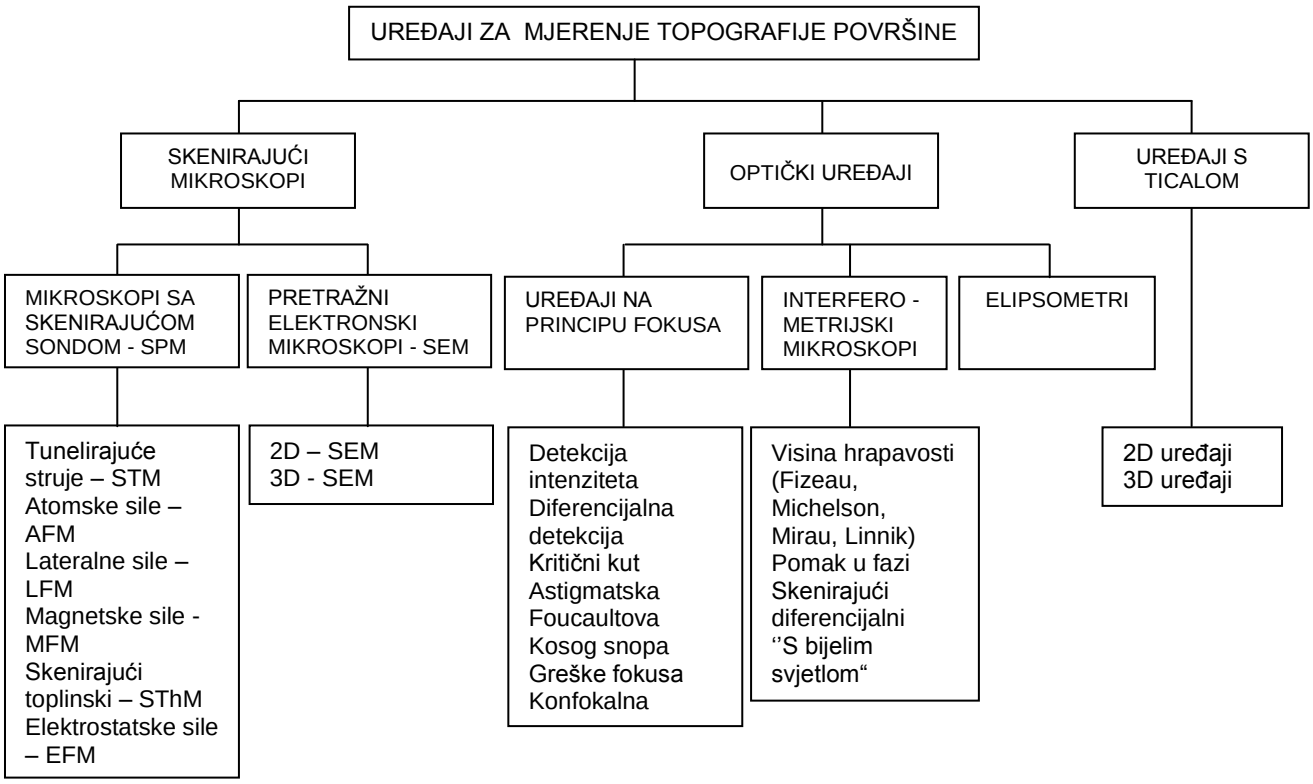
Iz proizvodne perspektive kritični je parametar (parametar koji treba biti mjeren) onaj koji je važan za utvrđivanje funkcionalnih značajki, kako materijala tako i uzorka. Također da bi se utvrdilo ispunjava li određeni proizvod ili proces zahtijevane uvjete, potrebna su kvantitativna mjerenja, među ostalim i ona na razini nano skale. No prije praktične primjene nanomjeriteljstva ključno je razviti i uspostaviti norme mjerenja (uključujući referentne etalone). Prema izvješću Nanoforuma iz 2006. godine [9] postoje područja u kojima je standardizacija nužna. Potrebno je utvrditi norme koje će biti uključene u obliku ISO GPS - Geometrijske specifikacije proizvoda. Nadalje, potrebno je uvesti standardizaciju mjernih instrumenata koji se koriste u nano području, vrednovati nove metode mjerenja te razviti nove referentne etalone.

Metode mjerenja razvijene za konvencionalne materijale u mnogim slučajevima ne mogu se izravno primijeniti na nano objekte. Za takve slučajeve moraju biti razvijeni posebni protokoli, u protivnom moguće su ozbiljne pogreške u interpretaciji mjernih podataka.

3 MJERNI UREĐAJI U NANOMJERITELJSTVU

Prije no što se navedu danas dostupni etaloni za umjeravanje mjerne opreme u području mikro- i nanomjeriteljstva dat će se kratak pregled mjerne opreme (slika 3.1). Postojeće mjerne metode i uređaji koji mogu zadovoljiti mjerne zahtjeve u mikro i nano području mogu se podijeliti u sljedeće skupine [13]:

- Skenirajući mikroskopi
  - Mikroskopi sa skenirajućom sondom
  - Pretražni elektronski mikroskopi
- Optički uređaji
  - Uređaji na principu fokusa
  - Interferometrijski mikroskopi
  - Elipsometri
- Uređaji s ticalom



Slika 3.1 Uređaji za mjerenje topografije površine

3.1 Skenirajući mikroskopi

3.1.1 Mikroskopi sa skenirajućom sondom

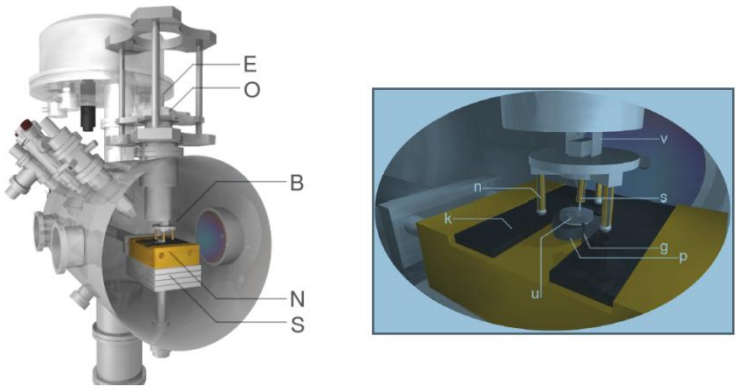
Konstrukcije skenirajućeg tunelirajućeg mikroskopa (STM) iz 1982. godine i skenirajućeg atomskog mikroskopa (AFM) iz 1986. godine omogućile su stvaranje topografskih slika površina raznih materijala na atomskoj skali, a kasnije i mjerenja vodljivosti, magnetskih polja, trenja i elastičnosti površina [14]. Razlika u metodama proizlazi iz mehanizma stvaranja slike i njezine interpretacije. Kod STM-a se mjeri struja elektrona koji tuneliraju između sonde i uzorka, a kod AFM-a sila između sonde i uzorka. STM je ograničen na vodljive površine, dok AFM može raditi i na površinama koje nisu nužno električki vodljive. Kako AFM radi i u tekućem mediju, pogodan je za biološka istraživanja gdje se primjenjuje zadnjih 15-ak godina.

Termin “skenirajući atomski mikroskop” potječe iz originalnog rada (Binnig, 1986. godina) u kojem su autori pretpostavili da pri interakciji s uzorkom sudjeluje samo jedan atom sonde. To je istina u slučaju STM-a jer tunelirajuća struja elektrona ovisi eksponencijalno o udaljenosti između sonde i uzorka. Kod AFM-a ovisnost sile o udaljenosti je puno slabija te u interakciji sudjeluje više atoma i na sondi i na uzorku.

Skenirajući tunelirajući mikroskop

Skenirajući tunelirajući mikroskop, slika 3.2 a [15], omogućio je izravan eksperimentalni pristup nano dimenzijama dajući mogućnost prikaza površina vodljivih materijala u atomskoj razlučivosti, ali i neposredne izmjene struktura na njima.

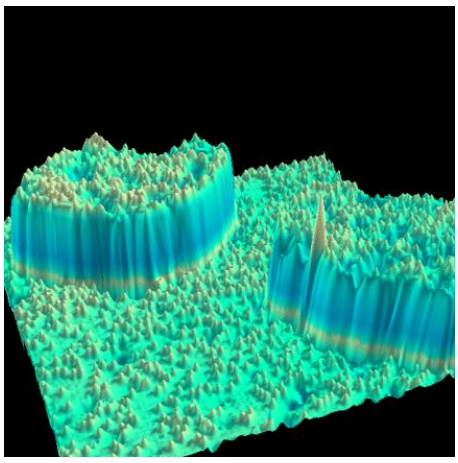
Tehnika se zasniva na kvantnom tuneliranju elektrona kroz usku potencijalnu barijeru među dvjema elektrodama: makroskopskim vodljivim uzorkom i vrlo oštrom metalnom iglom čiji se položaj na udaljenosti od svega nekoliko atomskih radijusa može precizno mijenjati piezoelektrikom (slika 3.2 b). Struja tunelirajućih elektrona ovisna je o naponu, no još izrazitije o udaljenosti između uzorka i igle.



a) b)

Slika 3.2 Skenirajući tunelirajući mikroskop (STM). a) Smještaj u vakuumskoj komori — spuštanjem cijevi s ovjesom O i električnim kontaktima E tronogi je hodač B s piezoelektričkim skenerom slobodno sjeo na nosač uzorka N položen na slog čeličnih ploča S odvojenih materijalom za prigušenje vibracija. b) detaljniji prikaz — uzastopnim izvijanjima piezoelektričnih nožica n hodač v je po izglađenoj površini k pomaknut na položaj gdje je zamjetno tuneliranje elektrona između vrha igle skenera s i uzorka u, izolacijskom keramikom odvojenog od nagnutog podloška p i žicama za grijanje pričvršćenog za dva nosača g.

Pri uobičajenom načinu rada, dok vrh igle red po red skenira dio površine, struja se, promjenom visine igle elektroničkom negativnom povratnom vezom, održava konstantnom. Napon koji je piezo–skeneru potrebno nametnuti za produženje ili skraćenje se interpretira kao slika površine. Na slici 3.3 prikazana je slika površine snimljena STM-om [16] koja prikazuje nečistoće kroma kao ispupčenja u Fe (001). Veličina slike je 35 nm x 35 nm.

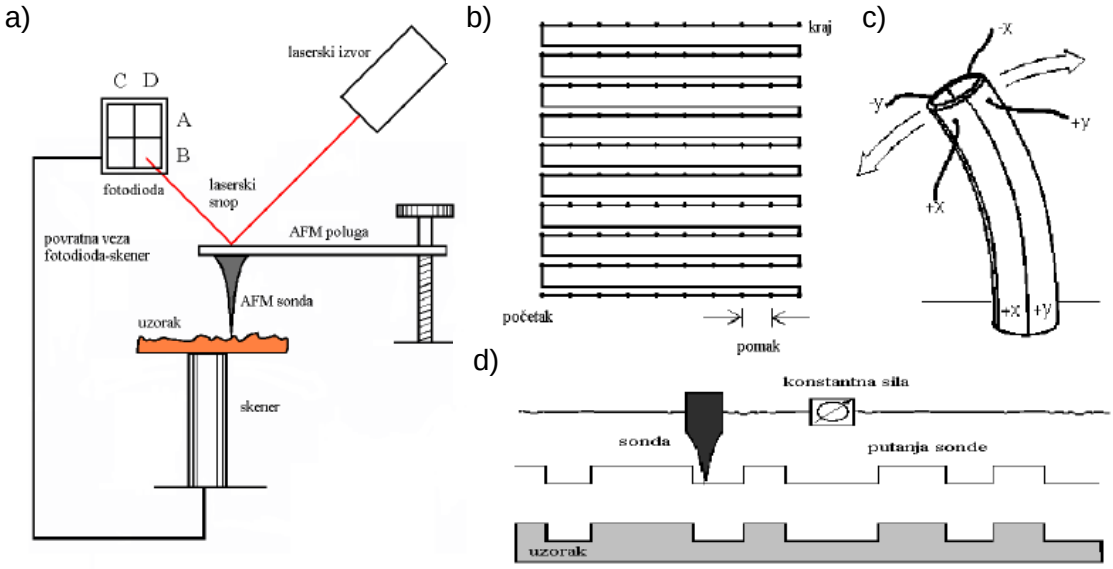


Slika 3.3 Površina Fe (001) s nečistoćama kroma snimljena STM-om

Skenirajući atomski mikroskop

Princip rada AFM-a prikazan je na slici 3.4 a [17]. Osnovni dijelovi su piezo-skener koji pomiče uzorak, sonda koja je u kontaktu s uzorkom i sustav za detekciju sile.

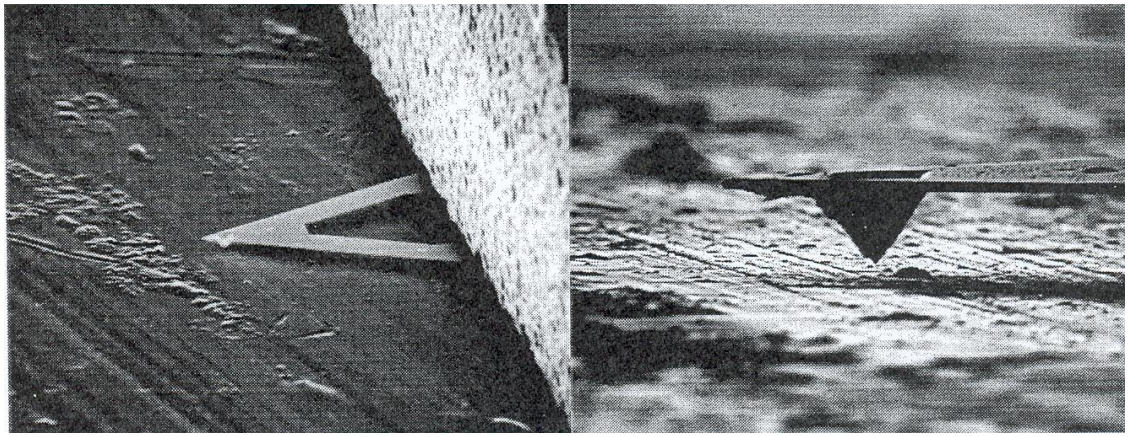
Sustav se najčešće* sastoji od lasera čiji se snop reflektira od gornje površine poluge mikroskopa i pada na fotoosjetljivu diodu. Tijekom prelaska sonde preko uzorka, sila između sonde i uzorka uzrokuje savijanje poluge prema Hookeovom zakonu što se detektira na fotodiodi. Savijanje poluge uzrokovano je nizom sila: van der Waalsovom između atoma, kapilarnim silama i silama adhezije, te elektrostatskim silama. Njihov značaj ovisi o uzorku i mediju u kojemu se vrši eksperiment.



Slika 3.4 a) Tri osnovna dijela AFM-a su piezo-skener, sonda i optički sustav za detekciju pomaka poluge. Laserski snop se reflektira s gornje strane poluge i pada na fotodiodu. Pomak poluge iz početnog položaja dovodi do pomaka laserskog snopa i promjene napona na fotodiodi. Kada se sonda jednom približi površini, uključuje se povratna veza između sonde i skenera. Promjena napona na fotodiodi dovodi do promjene visine skenera i omogućuje održavanje stalne udaljenosti između sonde i uzorka što stvara topografsku sliku površine. b) Pri skeniranju mjerenja se vrše na diskretnoj mreži. Skeniranje se uvijek vrši u jednom smjeru. Sonda prvo skenira jednu liniju, zatim se bez mjerenja vrati na početak linije, te skenira drugu. c) Skener pomiče uzorak u tri smjera u odnosu na sondu, dva uzdužna i vertikalni (u nekim konstrukcijama pomiče sondu u odnosu na uzorak).
d) Plohe konstantne sile između sonde i uzorka: slika se stvara održavajući silu konstantnom kako sonda prelazi preko uzorka. Kada sonda osjeti jaču silu, skener će zbog povratne veze pomaknuti uzorak.
* Binnig je u svom radu koristio sondu STM-a za detekciju pomaka poluge. Dodatne dvije metode koje su danas u upotrebi su optička interferometrija i poluga napravljena od piezoelektričnog materijala [17].

Pri skeniranju podaci za sliku se uzimaju na površini u pravilnim razmacima, s time da se skeniranje vrši uvijek u istom smjeru (slika 3.4 b). Sondu u odnosu na uzorak pomiče skener koji je cilindrična cijev izrađena od piezoelektričnog materijala u čijem su centru i na površini pričvršćene elektrode. Primjena napona na njegove krajeve uzrokuje savijanje cijevi ili uzdužni pomak te izduženje i kompresiju ili vertikalni pomak (slika 3.4 c).

Postoje tri različita AFM moda skeniranja površine: kontaktni mod, nekontaktni mod i tapkajući mod. Pri skeniranju površine u kontaktnom modu topografske slike su zapravo slike konstantne sile. AFM koristi povratnu vezu između piezo-skenera i diode te osigurava konstantni pomak poluge (primijenjenu silu) prilagođavajući visinu skenera u svakoj točki mjerenja (slika 3.4 d). Kada sustav osjeti jaču silu (npr. zbog pojave kosine i jačeg pritiskanja uzorka), primjenjuje napon na piezo-skener koji povećava udaljenost između uzorka i sonde i vraća silu na početnu vrijednost. U nekontaktnom modu sonda se nalazi dalje od površine, a slika se stvara kao posljedica privlačnih sila između sonde i površine. Topografske slike odgovaraju slikama konstantnog gradijenta sile. U tapkajućem modu sonda povremeno udara u površinu. Glavna prednost nekontaktnog i tapkajućeg moda su manje sile primijenjene na uzorak što ih čini atraktivnima u skeniranju bioloških struktura.
Na slici 3.5 prikazane su AFM poluga i sonda snimljeni “daleke“ 1991. godine [18].



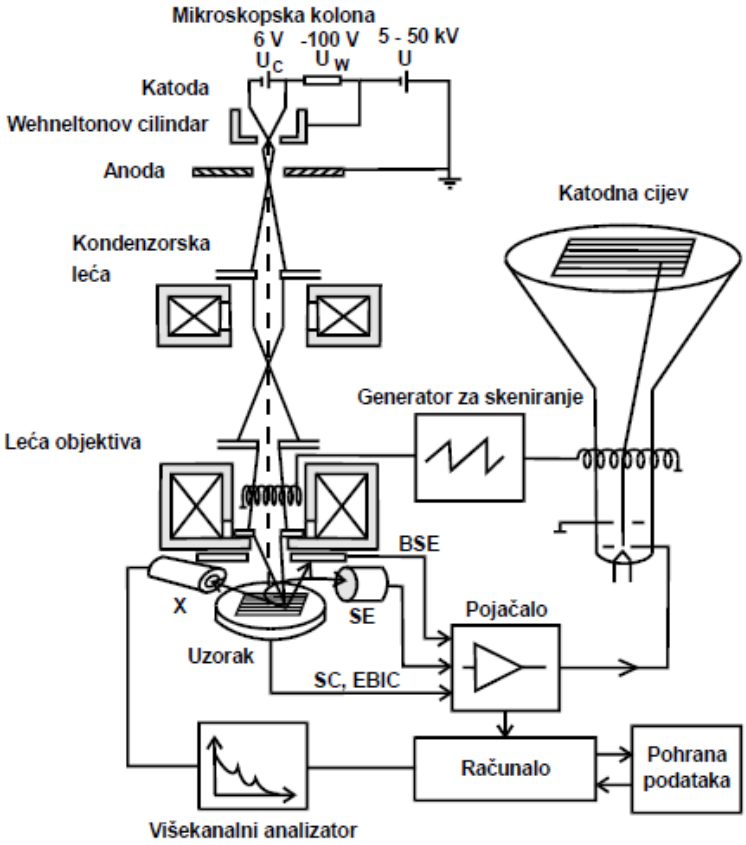
Slika 3.5 AFM poluga i sonda proizvedeni od silicij-nitrida mikrotehnološkim metodama

3.1.2 Skenirajući elektronski mikroskop

Elektronski mikroskop koristi zraku elektrona koju usmjerava fokusirajući elektromagnetsko polje. Iz razloga što je valna duljina elektrona znatno kraća od one fotona vidljive svjetlosti, granica razlučivosti elektronskog mikroskopa je puno manja od one svjetlosnog mikroskopa i iznosi oko (0,1–0,2) nm. Shematski prikaz osnovnih komponenti SEM-a prikazan je na slici 3.6 [19].

Funkcija elektronsko-optičke kolone koja prethodi uzorku je stvaranje snopa elektrona te kontrola njegovih osnovnih parametara – promjera, struje i divergencije. Elektronsko-optička kolona nalazi se unutar vakuuma. Vakuumski sustav je izrazito važan. Glavna uloga mu je osigurati slobodan put snopa elektrona do uzorka. Međudjelovanje snopa elektrona i molekula plina može ograničiti broj elektrona koji stiže do uzorka i dovesti do oksidacije niti.

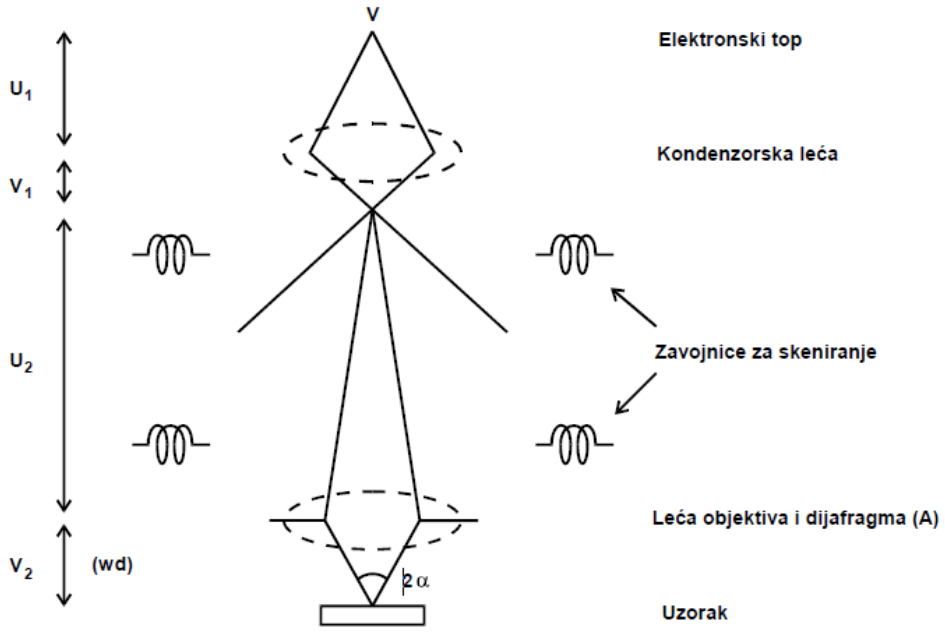
Elektronski top sastoji se od katode (niti), Wheneltonovog cilindra i anode. Prolaskom struje kroz katodu, katoda se zagrijava. Pri dovoljno visokoj temperaturi elektroni dobivaju potrebnu energiju (izlazni rad) i dolazi do emisije elektrona. Porastom jakosti električne struje raste temperatura katode i broj emitiranih elektrona. Pri određenoj temperaturi dolazi do "zasićenja" i daljnji porast temperature ne povećava broj emitiranih elektrona.



Slika 3.6 Osnovni način rada skenirajućeg elektronskog mikroskopa (BSE - unazad raspršeni elektroni,SE - sekundarni elektroni, SC - struja uzorka, EBIC - struja inducirana primarnim snopom, X - rendgensko zračenje).

Bilo koje električno i magnetsko polje koje može utjecati na putanju snopa elektrona je elektromagnetska leća [21]. Elektromagnetske leće se dijele na elektrostatske i magnetske. Elektrostatske leće djeluju na snop elektrona kao leća optičkog mikroskopa na snop svjetlosti. Prednosti elektrostatskih leća su male dimenzije i mali vremenski interval skretanja snopa elektrona. Nedostaci su vezani uz vodljivu površinu. Vodljiva površina mora biti blizu snopa elektrona da bi proizvela električno polje visokog intenziteta, mora biti dobro definirana i izrazito glatka. Uz to površina je osjetljiva na onečišćenje. Sustav elektromagnetskih leća umanjuje snop i konačni promjer snopa na uzorku je svega (2-10) nm [20]. U današnjim izvedbama SEM-a elektrostatske leće se koriste samo kod elektronskog topa. Kondenzorska leća i leća objektiva su magnetske leće. Magnetsko polje proizvode cilindrične zavojnice.

U SEM-u se magnetska leća smješta unutar debelog feromagnetičnog cilindra. Jakost magnetskog polja proporcionalna je broju zavoja *N* i struji *I* kroz zavojnicu. Mijenjanjem jakosti struje *I* kroz zavojnicu mijenja se i jakost leće [22]. Sustav elektromagnetskih leća SEM-a sastavljen je od dvije ili tri leće (slika 3.7) [22].



Slika 3.7 Shematski prikaz putanja zraka (elektrona) za sistem dvije leće SEM-a

Pri opisu koristit će se analogija sa svjetlosnom optikom te će se stoga putanje elektrona promatrati kao zrake svjetlosti, a kondenzorske leće i leća objektiva kao tanke konveksne leće. Pojava aberacija privremeno će biti zanemarena i promatrat će se sustav u idealnim uvjetima.

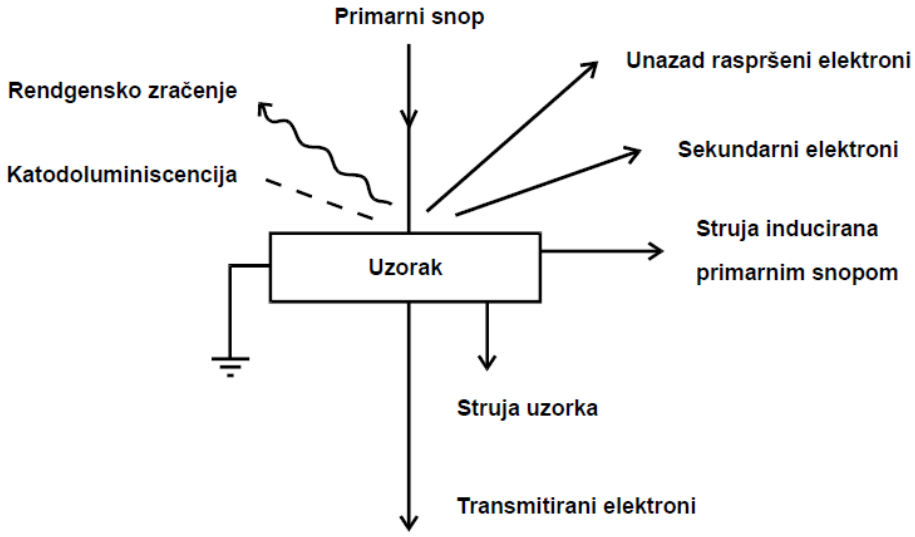
Elektronski top proizvodi snop elektrona. Promjer katode elektronskog topa je d_0, a jakost struje snopa elektrona I_0. Udaljenost između elektronskog topa i kondenzorske leće žarišne udaljenosti f_c je u_1. Prolaskom snopa elektrona kroz kondenzorsku leću, snop će konvergirati. Na udaljenosti v_1 od kondenzorske leće nastaje umanjena slika katode promjera d_1. Umanjeni promjer katode d_1 dan je izrazom:

$$d_1 = d_0 \cdot \frac{v_1}{u_1} \tag{3.1}$$

Leća veće jakosti stvarat će sliku na manjoj udaljenosti v_1 te će promjer katode biti manji. Udaljenost slike nastale kondezorskom lećom od leće objektiva žarišne udaljenosti f_0 je u_2. Leća objektiva umanjit će sliku katode i veličina promjera na uzorku biti će d. Radna udaljenost (*working distance - wd*) je udaljenost između leće objektiva i uzorka. Veličina promjera snopa na uzorku prikazana je izrazom:

$$d = d_1 \cdot \frac{wd}{u_2} \tag{3.2}$$

Za razliku od drugih mikroskopa gdje sve točke slike nastaju istovremeno, u SEM-u se slika izgrađuje postepeno tijekom vremena. Zbog međudjelovanja između snopa elektrona i uzorka, iz svake točke površine dobivamo različite signale (slika 3.8).



Slika 3.8 Prikaz međudjelovanja snopa elektrona i uzorka

Međudjelovanjem između elektronskog snopa i površine uzorka dolazi do nekoliko emisija koje se mogu detektirati i koristiti za karakterizaciju fizikalnih kemijskih svojstava uzorka kao i dobivanje topografske slike iz emisije sekundarnih elektrona.

3.2 Optički uređaji

3.2.1 Uređaji na principu detekcije fokusa

Uređaji na principu detekcije fokusa djeluju na način da skupljaju defokusirani signal koji može biti linearno proporcionalan ili nelinearno proporcionalan na defokus uzorka. Skeniranje može biti ostvareno pomicanjem uzorka (veće područje) ili svjetlosti (viša frekvencija).

Osjetljivost na nagib površine (površina s idealnom refleksijom, kritični kut 10 ° i 15°), reflektiranje od uzorka (faktor koji utječe na mjerne vrijednosti), mikrogeometrija uzorka i reagiranja na nečistoće svake vrste uzrokuju nedostatke uređaja na principu fokusa. Metode na principu fokusa razlikuju se u mehanizmu detekcije fokusa, metodi vertikalnog skeniranja ili uzdužnog skeniranja.

Osnovne metode na principu fokusa:

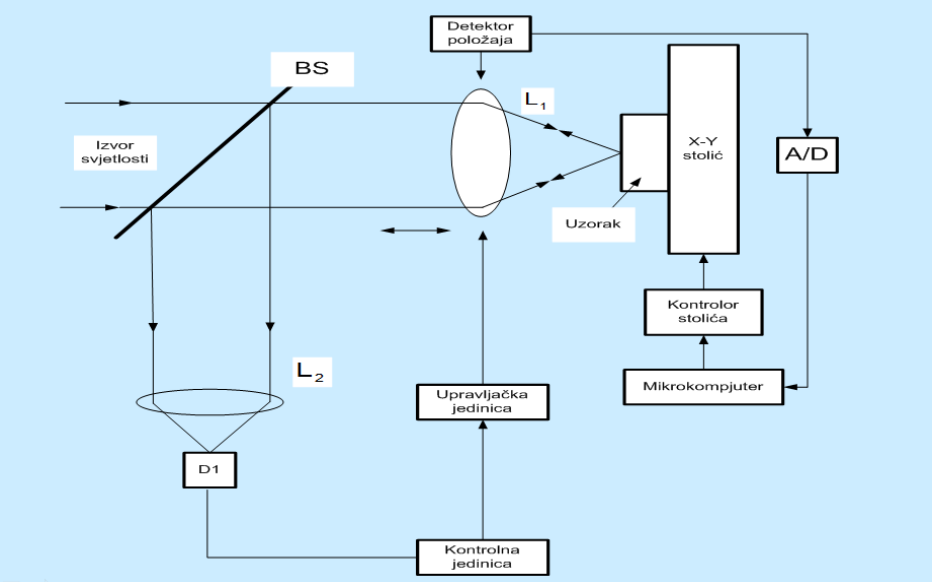
1. metoda detekcije intenziteta
2. metoda diferencijalne detekcije
3. metoda kritičnog kuta
3. astigmatska metoda
4. Foucaultova metoda
5. metoda kosog snopa
6. metoda greške fokusa
7. konfokalna metoda

Na slikama u nastavku rada prikazani su redom mehanizmi detekcije fokusa za metodu detekcije intenziteta (slika 3.9), za metodu diferencijalne detekcije (slika 3.10) te za konfokalnu metodu (slika 3.11).

Kod uređaja koji rade na principu detekcije intenziteta usmjerena laserska zraka prolazi kroz djelitelj snopa (*BS*) te je fokusirana s objektivom L_1 na ispitivani uzorak. Reflektirana zraka od uzorka pomoću leće L_2 dolazi na fotodetektor (*D*)

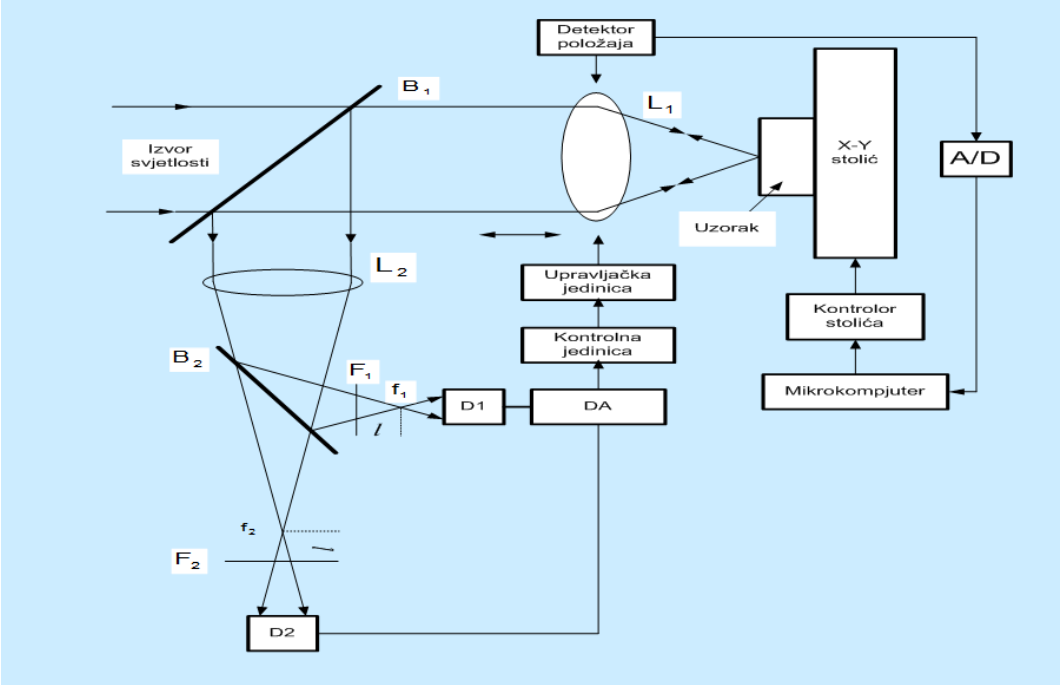
smješten u ravnini fokusa i pretvara reflektiranu svjetlost u analogni signal koji je proporcionalan intenzitetu svjetlosti.

Zadržavanje fokusa provodi se relativnim namještanjem položaja L_1 i uzorka kontrolnom i upravljačkom jedinicom. Promjena u položaju L_1 predstavlja izmjerenu hrapavost koja je snimljena nezavisnim sustavom detekcije položaja (*LVDT*).



Slika 3.9 Prikaz mehanizma detekcije fokusa

Za razliku od metode detekcije intenziteta, kod metode diferencijalne detekcije iza leće L_2 nalazi se djelitelj snopa BS_2 (slika 3.10). Nakon toga slijede dva identična filtra F_1 i F_2 te dva fotodetektora D_1 i D_2 čiji signali ulaze u diferencijalno pojačalo. Kako se visina površine mijenja, to uzrokuje pomak u fokusnim ravninama f_1 i f_2. Ako je zraka na ispitivanom uzorku u fokusu, oba fotodetektora će imati isti intenzitet reflektirane svjetlosti, a izlaz je u tom slučaju nula. Zadržavanje fokusa vrši se relativnim namještanjem položaja L_1 i uzorka kontrolnom i upravljačkom jedinicom ovisno o razlici intenziteta na fotodetektorima.



Slika 3.10 Prikaz mehanizma diferencijalne detekcije

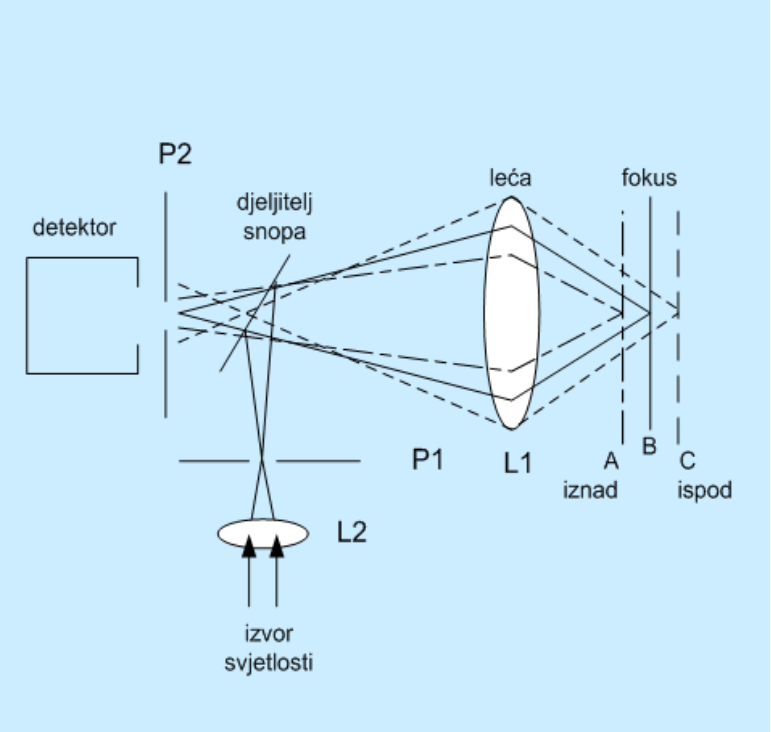
Konfokalna metoda radi na principu eliminacije raspršene reflektirane svjetlosti izvan fokusnih ravnina, a dobivanjem maksimalne svjetlosti za ravninu u fokusu. To je osigurano umetanjem malih proreza P_1 i P_2 (slika 3.11).

Kada je uzorak postavljen u fokusnoj ravnini reflektirana je svjetlost fokusirana na prorez P_2 i fotodetektor registrira jaki signal.

Kada je uzorak izvan fokusne ravnine, na prorezu se formira defokusirana točka (raspršena svjetlost), a mjerni intenzitet je znatno smanjen.

Za realizaciju 3D mjerenja uobičajeno se koriste dva principa. Prvi je konvencionalna metoda gdje se hrapavost površine dobiva skeniranjem profila na bazi fokusa određenog pronalaženjem najvišeg intenziteta svjetlosti/kontrasta.

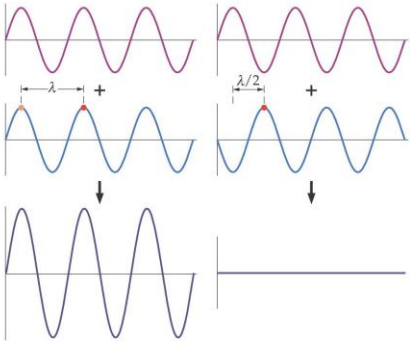
Drugi pristup baziran je na svojstvu optičkog raščlanjivanja skeniranjem duž x-y ravnine sa različitim koracima u smjeru z. Taj niz uzastopnih područja koristi se za rekonstrukciju 3D slike uz pomoć računala.



Slika 3.11 Prikaz mehanizma konfokalne metode

3.2.2 Interferometrijski mikroskopi

Interferencija svjetlosti je međusobno djelovanje svjetlosnih tokova iz najmanje dva izvora koji uzrokuju pojačanje ili slabljenje intenziteta rezultantnog vala. Pri tome su važne dvije veličine, amplituda i faza. Amplituda predstavlja maksimalni otklon od nultog položaja. Udaljenost između dvije točke u kojima je stanje titraja jednako naziva se valnom duljinom. Ukupna amplituda uzrokovana kombinacijom valova je algebarska suma amplituda svakog vala pojedinačno. Ako valovi daju veći val oni interferiraju konstruktivno (slika 3.12 a). Ako se smanjuje ukupna amplituda oni interferiraju destruktivno (slika 3.12 b).



Slika 3.12 Konstruktivna i destruktivna interferencija

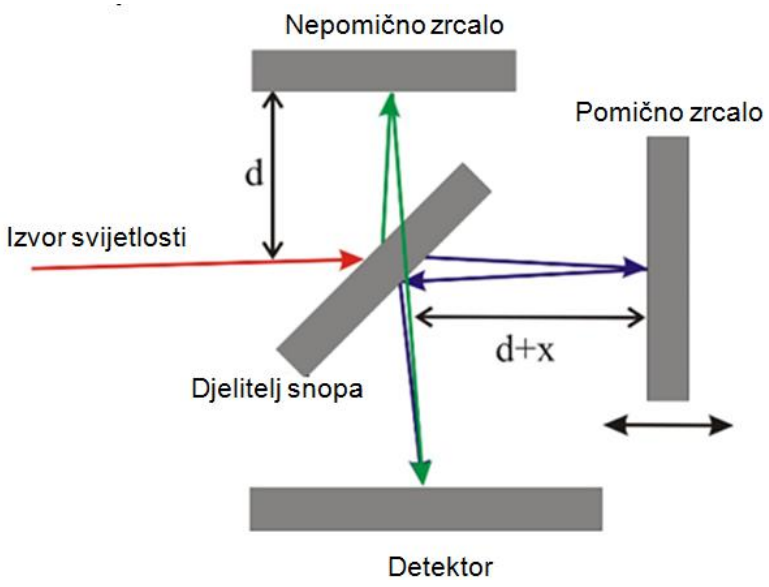
Da bi se opazila pojava interferencije, oba svjetlosna vala trebaju biti koherentna, odnosno moraju zadovoljavati sljedeće uvjete:

- svjetlosni valovi trebaju interferirati istovremeno u području promatranja,
- pomaci faza moraju biti stalni u dovoljno dugom vremenskom periodu,
- valne duljine moraju biti iste (koherentnost),
- valovi se moraju gibati u istoj ravnini.

Prva dva uvjeta mogu se ispuniti samo onda kada oba vala svjetlosti izlaze iz jedne te iste točke, odnosno jednog izvora i kada su razlike hoda malene. Dakle, da bi se dobila interferencija mora se, na neki način, od jednog izvora načiniti više njih. To se može postići na više načina, a pri tome se koriste dvije metode:

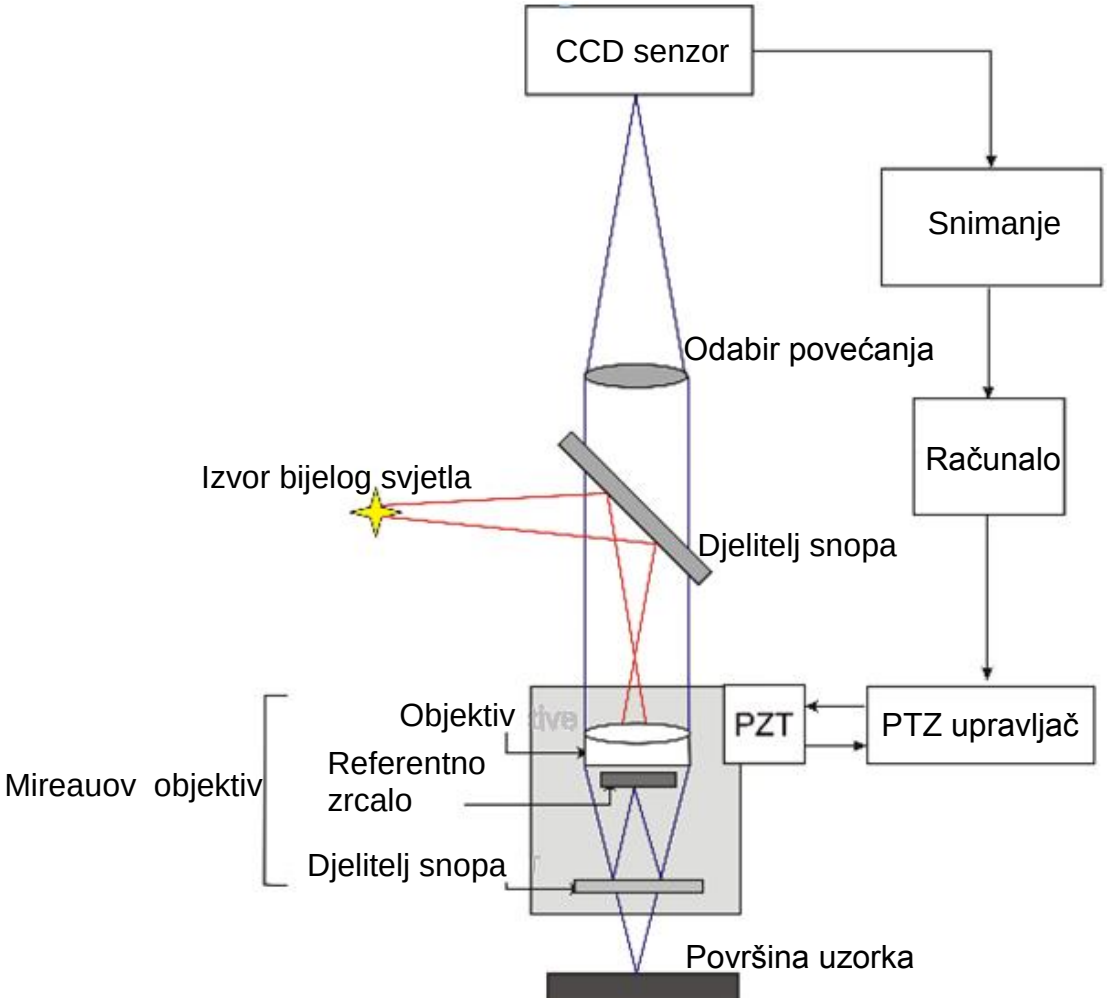
1. Dva koherentna vala dobiju se dijeljenjem valne fronte, tj. uzimanjem jednog dijela valne fronte za jedan val, a drugog dijela za drugi val. Na tom principu zasniva se Youngov eksperiment, Fresnelova zrcala, Lloydova zrcala i dr.
2. Dva koherentna vala dobiju se djelomičnom refleksijom i djelomičnom transmisijom. Primjer je interferencija na tankim slojevima. Uređaji koji rade na tom principu su interferometri poznati kao Michelsonov, Mach-Zehnderov, Fabry-Perotov i dr.

Jedan od prvih modela interferometra je Michelsonov interferometar, slika 3.13. Realizacija interferometrije u ovom sustavu je vrlo jednostavna: na djelitelju snopa monokromatski izvor svjetlosti dijeli se na dva koherentna vala. Jedna valna fronta reflektira se od nepomičnog zrcala, dok se drugi dio valne fronte reflektira od pomičnog zrcala. Reflektirane se zrake potom usmjeravaju na detektor, gdje se zbog razlike u prijeđenim optičkim putovima javlja interferencija.



Slika 3.13 Princip Michelsonovog interferometra

No moderni interferometri iznimno su složeni sustavi. Vrlo često se danas u interferencijskoj mikroskopiji susreću tzv. VLS interferometri (*White Light Scanning Interferometers*). Slika 3.14 prikazuje konfiguraciju jednog VLS interferencijskog sustava.



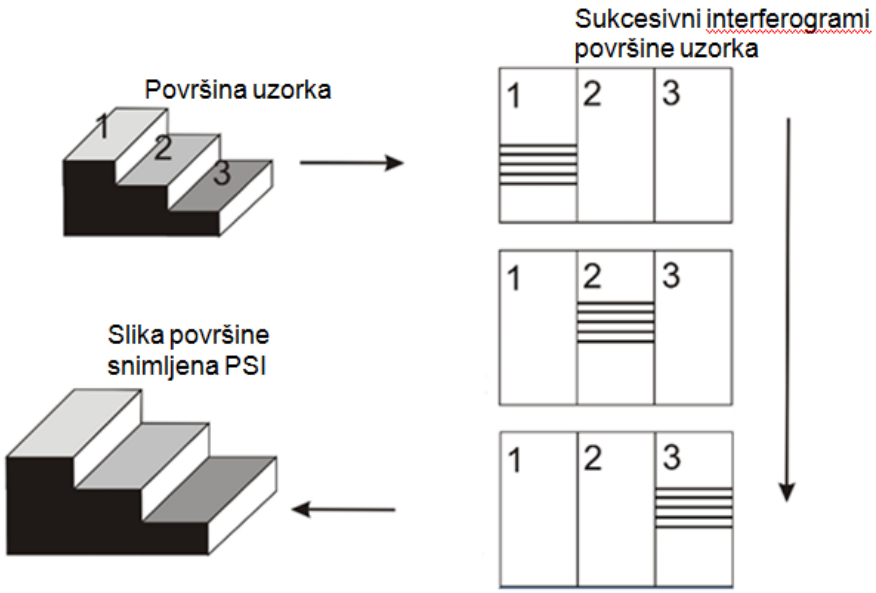
Slika 3.14 Konfiguracija VLS interferencijskog sustava

Mnogi moderni interferencijski sustavi koriste Mireauove objektive u svojim konstrukcijama. Mireau objektiv temelji se na Michelsonovom interferometru. Ovaj objektiv se sastoji od leće, zrcala i djelitelja snopa. Realizacija interferometrije je sljedeća: dva snopa (crvene linije) putuju duž optičke osi uređaja. Potom se reflektiraju od referentne površine i površine uzorka (plava linija). Nakon toga snopovi se sjedinjuju, što rezultira njihovom interferencijom. Površina uzorka ravnomjerno je osvijetljena zrakama koje padaju pod različitim upadnim kutovima. Bilo koja točka na površini uzorka može reflektirati te upadne zrake u obliku divergentnog konusa (Huygensov princip). Slično tomu,

točka na referentnoj površini, a koja je simetrična točki na površini uzorka, također reflektira te zrake u istom obliku.

Mireauov objektiv usmjerava zrake reflektirane od referentne površine i površine uzorka na CCD (*charge-coupled device*) senzor kroz cijev objektiva. CCD senzor je analogni registrator pomaka koji omogućuje prijenos analognog signala kroz uzastopne faze. Pruge interferencije se registriraju CCD senzorom i odgovarajući signal se digitalizira za daljnju obradu na računalu.

Udaljenost između minimuma i maksimuma na interferogramu je rezultat interferencije zraka reflektiranih od referentne površine i površine uzorka i jednak je polovici valne duljine izvora svjetlosti. Stoga je kod jednostavnih interferometara vertikalna rezolucija ograničena na $\lambda / 2$. Primjerice ako se kao izvor svjetlosti koristi laser s valnom duljinom od 500 nm, rezolucije će biti samo 250 nm. Ovo rješenje nije dovoljno dobro za analizu površina na atomskoj skali. Srećom, vertikalna rezolucija može se znatno poboljšati pomicanjem bilo reference bilo uzorka za dijelove valne duljine korištenog izvora svjetlosti. Na taj način mjerni uređaj snimi nekoliko interferograma, koji se tada preklope, a njihov se fazni pomak provjeri u odnosu prema računalnom softveru, (slika 3.15). Ova metoda je poznata kao fazna interferometrija *(Phase-Shifting Interferometry* - PSI).

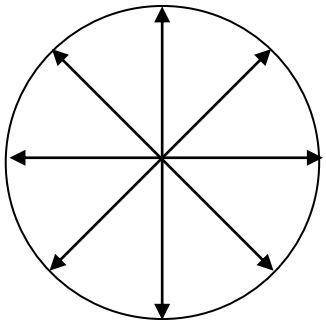


Slika 3.15 Princip PSI

Većina optičkih interferometara danas koristite PS interferometriju, ne samo zbog visoke rezolucije, nego i zbog brze provedbe mjerenja i činjenice da se podaci s interferograma odmah prebacuju na računalo. U dobro kontroliranim okolišnim uvjetima moguće je provesti mjerenja vertikalnih komponenata površina na razini ispod 0,1 nm. Kao što je već rečeno, kod PS interferometrije fazna razlika među snopovima koji interferiraju mijenja se konstantnim koracima te se sa svakim korakom snima interferogram. Vertikalna informacija mjerne površine očitava se iz sukcesivno snimljenih interferograma.

3.2.3 Elipsometri

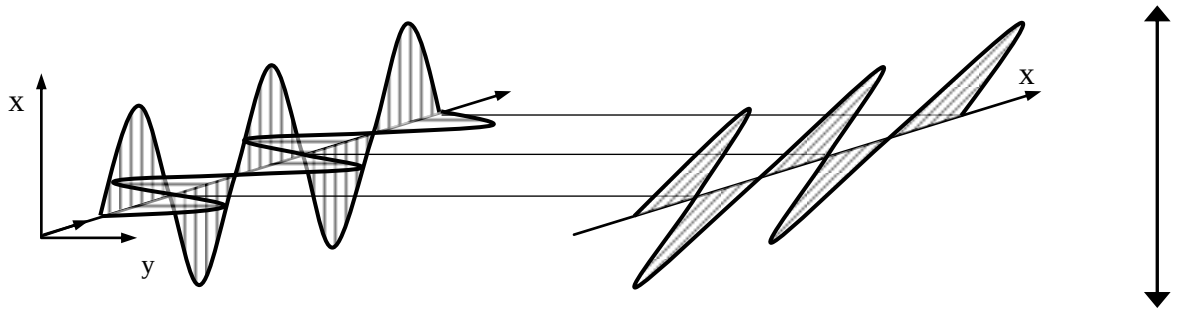
Svjetlo je definirano kao linearno polarizirani val, no svjetlo emitirano iz većine svjetlosnih izvora nije polarizirano. Zračenje prirodnih izvora svjetlosti nije nikada polarizirano u intervalima vremena u kojima se eksperimentira pa je takvo zračenje nepolarizirano, prirodno ili obično. Svaki atom ili molekula emitiraju linearno polarizirani val u relativno kratkom vremenu (10^{-8} s) i pri tome jedan atom daje svjetlo polarizirano u jednom smjeru, a drugi u nekom drugom smjeru te se kaže da je takvo svjetlo nepolarizirano, prirodno ili obično.
Na slici 3.16 prikazan je shematski način prikazivanja nepolariziranog vala svjetlosti.



Slika 3.16 Shematski način prikazivanja nepolariziranog vala svjetlosti

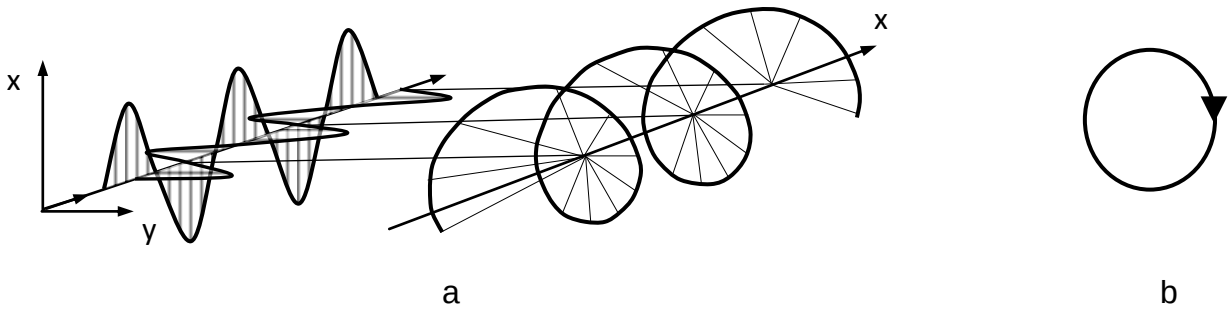
Kod nepolarizirane svjetlosti titranje je okomito na smjer širenja vala, ali u svim ravninama jednako. Postoji više načina da se od nepolarizirane svjetlosti dobije polarizirana svjetlost. Svjetlost može biti linearna, kružna, eliptična, ortogonalna, djelomično polarizirana ili mješavina različitih polarizacijskih stanja.

Na slici 3.17 a) prikazane su ortogonalne komponente rezultantnog vala, a na slici 3.17 b) uobičajeni način prikazivanja linearno polariziranog vala.



Slika 3.17 a) Ortogonalni međusobno koherentni linearno polarizirani valovi i rezultantni linearno polarizirani val zakrenute ravnine vibracije.
b) Uobičajeni način prikazivanja linearno polariziranog vala.

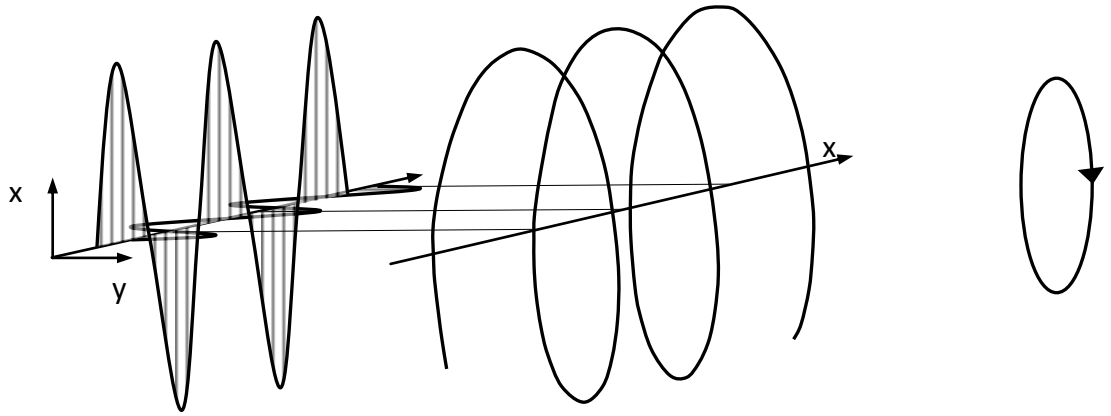
Na slici 3.18 a) prikazane su komponente i rezultantni val desno kružno polariziranog svjetla, a na slici 3.18 b) prikazan je uobičajeni način prikazivanja kružno polariziranog svjetla.



Slika 3.18 a) Ortogonalni linearno polarizirani valovi jednakih amplituda pomaknuti u fazi za $\lambda/4$ i rezultantni kružno polarizirani val.
b) Uobičajeni način prikazivanja kružno polariziranog vala.

Eliptički polariziran val svjetlosti je najopćenitiji oblik polarizacije. Sastavljanje ortogonalnih linearno polariziranih valova rezultira u najopćenitijem obliku eliptičkom polarizacijom.

Na slici 3.19 a) prikazane su komponente i rezultantni val desno eliptički polariziranog svjetla, a na slici 3.19 b) prikazan je uobičajeni način prikazivanja eliptički polariziranog svjetla.



a) b)

Slika 3.19 a) Ortogonalni linearno polarizirani valovi različitih amplituda, pomaknuti u fazi i rezultantni eliptično polarizirani val.
b) Uobičajeni način prikazivanja eliptično polariziranog vala.

Eliptično polarizirano stanje definirano je s dva parametra:

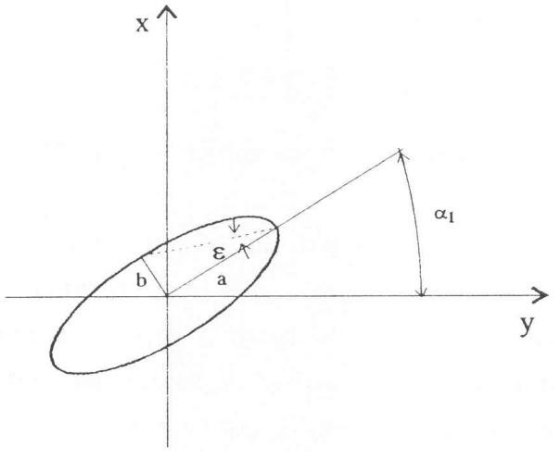
- orijentacija ili azimut α_1 velike osi elipse
- eliptičnost ε

i prikazana je na slici 3.20 gdje je:

ε = arctan *b/a*

2*a* – velika os elipse

2*b* – mala os elipse.



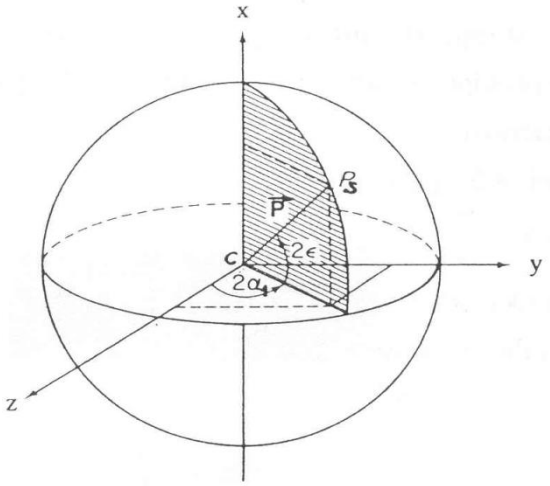
Slika 3.20 Projekcija eliptično polariziranog vala svjetlosti

U slučaju kada je eliptičnost mala, elipsa je izdužena. U graničnom slučaju kada je $\varepsilon = 0$ eliptično polarizirano svjetlo prelazi u linearno polarizirano. Kada je $\varepsilon = 1$ svjetlo je kružno polarizirano.

Za dva snopa polarizirane svjetlosti kaže se da su ortogonalna ako je:

- svjetlo linearno polarizirano u međusobno okomitim ravninama,
- jedan val je desno kružno polariziran, a drugi lijevo kružno polariziran,
- valovi su eliptično polarizirani s azimutima velikih osi razmaknutima za 90°, iste eliptičnosti.

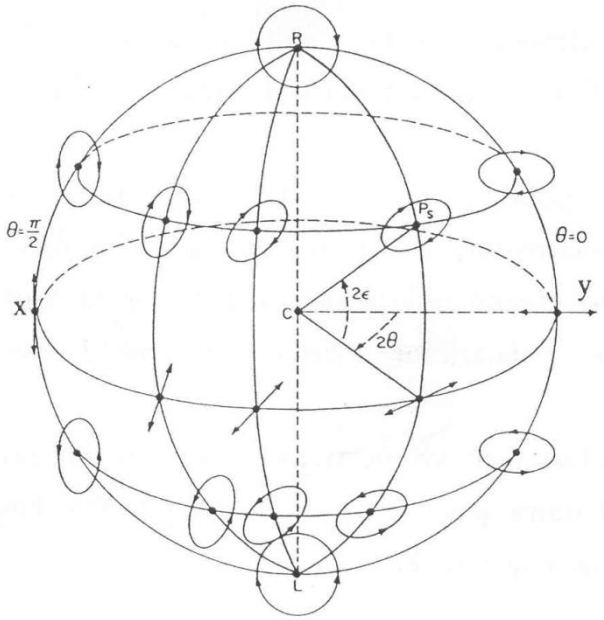
Sva stanja polarizacije svjetlosti mogu se zajedno prikazati točkom P_S ili točnije vektorom $\tilde{P}_S$ koji definira položaj točke P_S na površini kugle jediničnog promjera koja se naziva Poincaréova kugla (slika 3.21).



Slika 3.21 Poincaréova kugla

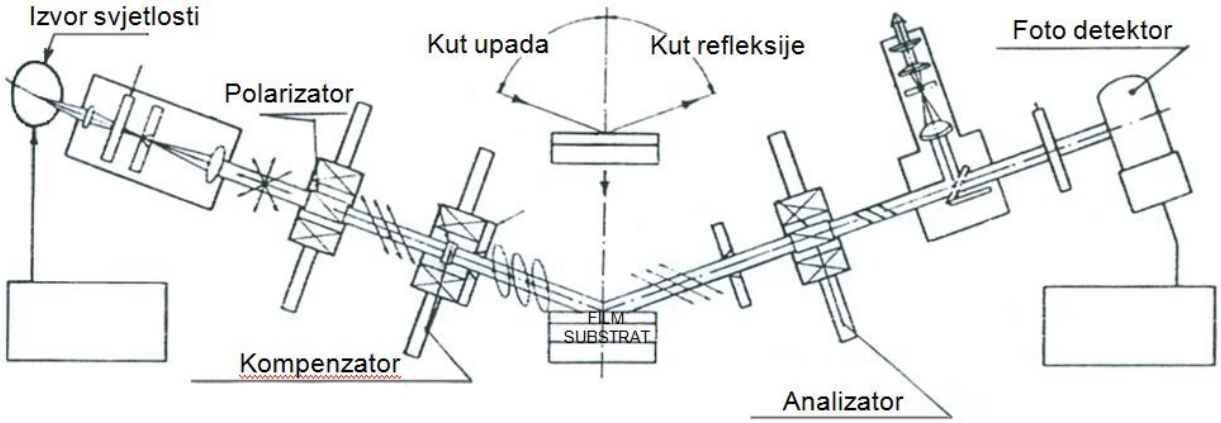
Smjer i iznos vektora $\vec{P}_s$ određeni su vrijednostima 2ε i $2\alpha_1$. Točka P_s linearno polarizirane svjetlosti leži na ekvatoru, gdje y-z ravnina presijeca kuglu. Eliptično polarizirano svjetlo nalazi se na kugli iznad i ispod ekvatora. Eliptično polarizirano svjetlo sa istim azimutom α_1 određeno je točkama na datom meridijanu. Elipse sa istom eliptičnošću ε leže na kružnici datog polumjera.

Kružna polarizacija odgovara polovima Poincaréove kugle. Ortogonalna polarizacija prikazana je točkama gdje je kut $\theta = 0$ i $\theta = 90°$ (slika 3.22).



Slika 3.22 Stanja polarizacije prikazana na Poincaréovoj kugli

Pomoću optičke sheme elipsometra Rudolph Research AUTOEL-III, (slika 3.23) opisat će se mjerenje debljine filma nanesenog na substrat.



Slika 3.23 Optička shema elipsometra AUTOEL-III

Kao izvor svjetla koristi se HeNe laser valne duljine 632,8 nm, koji daje monokromatsko, linearno polarizirano svijetlo. Takvo svjetlo ulazi u polarizatorski modul koji se sastoji od:

- četvrtvalnog depolarizatora;
- rotirajuće polarizatorske prizme;
- četvrtvalnog kompenzatora.

Četvrtvalni depolarizator pretvara linearno polarizirano svjetlo u kružno polarizirano. Pomoću rotirajuće polarizatorske prizme kružno polarizirano svjetlo prelazi u linearno polarizirano i naposljetku u eliptično polarizirano svjetlo pomoću kompenzatora. Polarizatorska prizma je monokristal takve orijentacije optičkih osi i debljine da prolaskom kroz njega svjetlo postaje gotovo idealno polarizirano. Zakretanjem polarizatorske prizme zakreće se kut linearne polarizacije koje se odvija pomoću motora upravljanog mikroračunalom. Linearno polarizirano svjetlo potom dolazi na četvrtvalni kompenzator (retardaciona pločica), također monokristal određene debljine i orijentacije

optičkih osi. Kompenzator ima dvije međusobno okomite osi (brzu i sporu) u ravnini okomitoj na smjer širenja zrake. Najčešće je postavljen tako da je brza os kompenzatora orijentirana pod kutem ± 45 º s obzirom na ravninu upada svjetlosti (ravnina koju definiraju upadna i reflektirajuća zraka). Električni vektor ulazne linearno polarizirane zrake bilo kojeg azimuta rastavit će se u dvije komponente. Jedna će komponenta biti paralelna s brzom osi kompenzatora, a druga paralelna sa sporom osi kompenzatora. Komponenta paralelna s brzom osi kompenzatora širit će se većom brzinom od komponente paralelne sa sporom osi. Kako se radi o četvrtvalnoj retardacijskoj pločici, spora komponenta zaostajat će u fazi za brzom za četvrtinu valne duljine λ /4.

Ako je svjetlo koje ulazi u kompenzator linearno polarizirano sa azimuzom od 45 º s obzirom na brzu os kompenzatora, izlazno svjetlo bit će kružno polarizirano. U drugim slučajevima, kada je svjetlo koje ulazi u kompenzator linearno polarizirano sa azimuzom različitim od 45 º s obzirom na brzu os kompenzatora, izlazno svjetlo bit će eliptično polarizirano. Dobiveno eliptično polarizirano svjetlo određeno je orijentacijom polarizatorske prizme i kompenzatora, a definira se azimutom (orijentacija velike osi elipse s obzirom na ravninu upada) i eliptičnošću (odnos male i velike osi elipse). Takvo eliptično svjetlo pada na površinu uzorka pod određenim kutom i ulazi u analizatorski modul. Optička svojstva površine uzorka uzrokuju promjenu svojstava polarizacije reflektirajuće zrake u odnosu na upadnu zraku. Polarizacijska svojstva reflektirane zrake svjetlosti ovisit će isključivo o azimutu polarizatorske prizme te o optičkim svojstvima površine uzorka. Za svaki uzorak (pogodan za elipsometrijska mjerenja) i za bilo koji položaj kompenzatora postoji azimut polarizatora kod kojeg će reflektirana zraka svjetlosti biti linearno polarizirana, što i jest glavni princip elipsometrijskih mjerenja.

Svjetlost određenih polarizacijskih svojstava reflektira se od uzorka i ulazi u analizatorski modul koji se sastoji od:

- rotirajuće analizatorske prizme;
- optičkog filtra;
- fotodetektora.

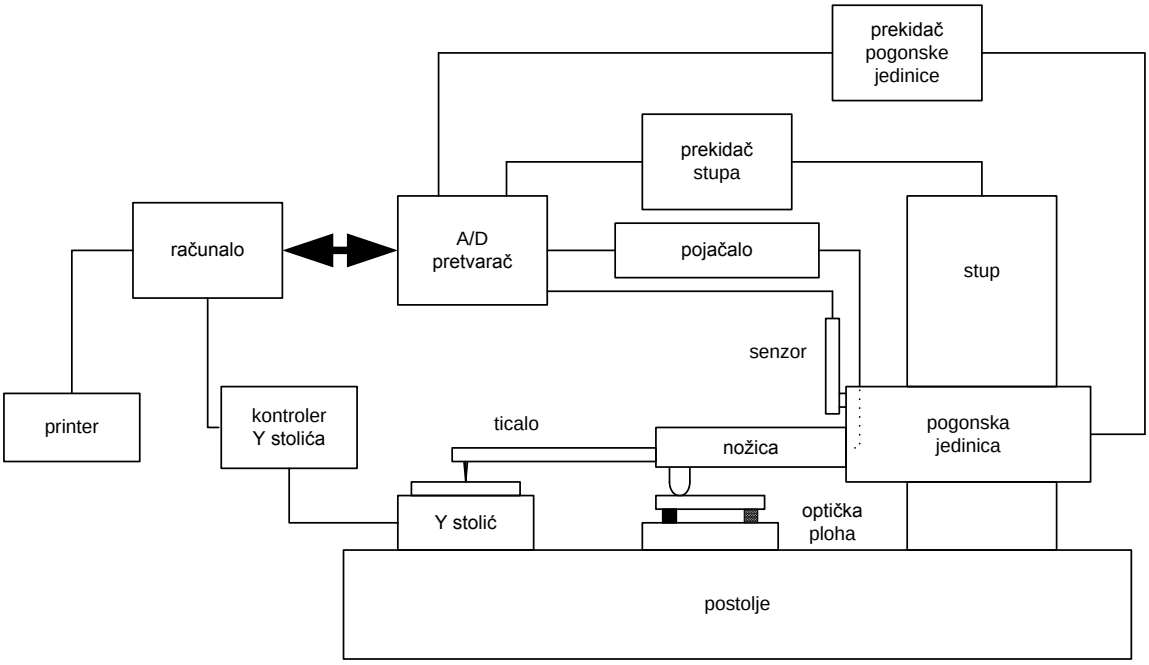
Analizatorska prizma je također monokristal istog tipa kao i polarizator, a služi za određivanje položaja ravnine polarizacije reflektirane svjetlosti. Zakretanje analizatorske prizme vrši se pomoću motora upravljanog mikroračunalom. Ako je stanje polarizacije reflektirane zrake svjetlosti različito od kružne polarizacije, rotacijom analizatorske prizme mijenjat će se intenzitet zrake svjetlosti koja nakon analizatorske prizme prolazi kroz 632,8 nm interferencijski filtar i pada na fotodetektor. Fotodetektor mijenja izlazne struje ovisno o intenzitetu zrake svjetlosti. Postignuti minimum svjetlosti odgovarat će pravom gašenju jedino ako je reflektirana svjetlost linearno polarizirana (fazna razlika 0º ili 180º). Minimum svjetlosti (gašenja) postiže se promjenjivim podešavanjem polarizatora i analizatora, dok se ne ostvari da je reflektirana zraka linearno polarizirana, a os analizatora okomita na azimut polarizacije reflektirane zrake svijetlosti. Kod ostvarenog gašenja svjetlosti azimut polarizatora P mjera je kuta Δ (delta), a azimut analizatora A određuje kut Ψ (psi). Prijelaz s izmjerenih azimuta P i A u kutove Δ i Ψ vrši se jednostavnim linearnim jednadžbama pomoću računala [24].

3.3 Uređaji s ticalom

Uređaji s ticalima se najduže koriste za ispitivanje topografije površine. Prvi 3D uređaj s ticalom izumljen je 1960-ih godina, dok su Sayles i Thomas 1976. godine dovršili prvi sustav upravljan računalom.

Na slici 3.24 prikazana je uobičajena konstrukcija uređaja s ticalom [23]. Računalo je upravljački centar koji kontrolira cijeli proces mjerenja. Translacija u smjeru X je ostvarena pomoću step motora ili linearnog motora koji se nalazi u pogonskoj jedinici. Mjerna ravnina je ostvarena pomoću odnosa optičke plohe ispod nožice

i Y stolića. Kako ticalo ide po površini uzorka, nožica pretvara mehaničko gibanje ticala u analogni signal koji se pojačava u pojačalu. Nakon toga analogni signal se digitalizira u A/D pretvaraču i prosljeđuje do računala.



Slika 3.24 Konstrukcija uređaja s ticalom

Ispitivanje površine vrši se iglom ticala duž pravca mjerenja. Vertikalni pomaci igle, koji su proporcionalni neravninama na površini, pretvaraju se u električni signal, na osnovu kojeg se stvarna slika profila može učiniti vidljivom u obliku dijagramskog zapisa te se može odrediti jedan ili više parametara hrapavosti.

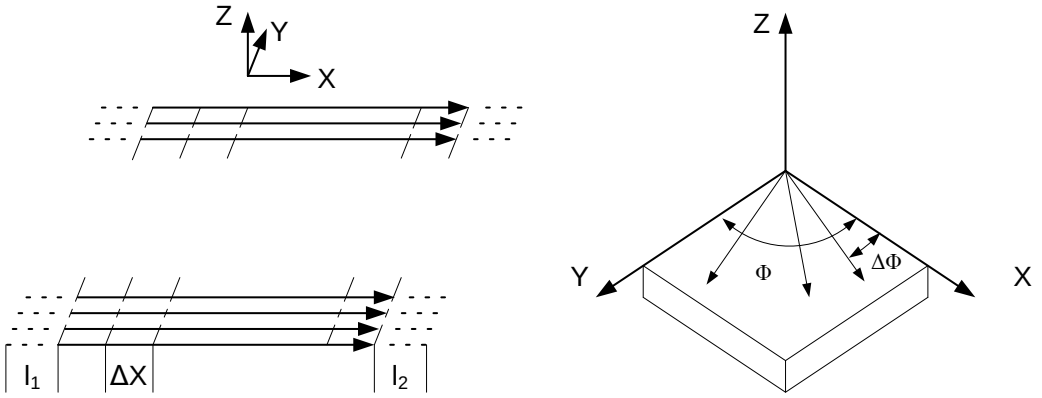
Elementi uređaja s ticalom mogu se, prema funkciji, podijeliti u dvije osnovne grupe:

- sklopovi namijenjeni za vođenje i pretvorbu mehaničkog pomaka igle ticala u električni signal (dobivanje informacija o stanju realnog profila), a sastoje se od ticala i mjerne glave;
- sklopovi namijenjeni za obradu dobivenog električnog signala (obrada dobivene informacije), a sastoje se od pisača i računalne jedinice.

Postoje različite konstrukcijske izvedbe ticala, ali svaka sadrži tri osnovna elementa; iglu, pretvornik i referentnu površinu za relativno vođenje ticala u obliku nožice ili ravnine.

Najpovoljniji dodir, s mjeriteljskog stajališta, između igle i ispitivane površine trebao bi biti u matematički definiranoj jednoj točki. No to nije ostvarivo te se igla izrađuje u piramidalnom ili stožastom obliku od dijamanta ili safira sa zaobljenim vrhom polumjera *r*. Pomoću pretvornika vertikalna komponenta pomaka igle ticala pretvara se u proporcionalan napon. Među pretvornicima različitih koncepcija uglavnom se susreću tri tipa (induktivni pretvornik, piezoelektrični pretvornik i optički pretvornik).

Razlikujemo 2D i 3D uređaje s ticalom. Kod 2D uređaja, ticalo ima vrh malog polumjera koji prelazi preko mjerne površine u jednom smjeru (recimo u smjeru x). Nožica koja je ili *LVDT – linear variable differential transformer* ili optički pretvornik pretvara vertikalno gibanje (recimo smjer z) ticala u električni signal. Kod 3D uređaja potrebna je još jedna dimenzija. Na slici 3.25 prikazane su dvije metode ostvarivanja treće dimenzije [23].



Rastersko snimanje Radijalno snimanje

Slika 3.25 Metode 3D mjerenja uređaja s ticalima

Kod rasterskog snimanja se uzima određeni broj bliskih paralelnih tragova profila. Kao što je prikazano na slici 3.25, prve dvije dimenzije X i Z su realizirane snimanjem 2D profila, dok je treća dimenzija Y ostvarena snimanjem paralelnih profila. Kod radijalnog snimanja profili su dobiveni u odnosu na radijalne kutove. Svi profili imaju istu početnu točku. Treća dimenzija se ostvaruje tako da se sljedeći profili snima s kutnim pomakom $\Delta\Phi$. Ova metoda se rijetko koristi u suvremenim uređajima zbog problema izvedivosti same konstrukcije i otežane vizualizacije.

3.4 Usporedba značajki skupina mjernih uređaja

U tablici 3.1 provedena je usporedba triju skupina mjernih uređaja koji se koriste u području miko- i nanomjeriteljstva (skenirajući mikroskopi, optički uređaji i uređaji s ticalom) s obzirom na različite mjeriteljske značajke.

Tablica 3.1 Usporedba značajki različitih skupina mjernih uređaja

ZNAČAJKA UREĐAJA	*UREĐAJI S TICALOM*	*OPTIČKI SUSTAVI*	*SKENIRAJUĆI MIKROSKOPI*
Vertikalna rezolucija	visoka	visoka	vrlo visoka
Vertikalni raspon	velik	malen	jako malen
Uzdužna rezolucija	srednja	visoka	vrlo visoka
Uzdužni raspon	velik	srednji	jako malen
Način mjerenja	kontaktno	beskontaktno	beskontaktno
Vrijeme za pripremu uređaja i uzorka	kratko	dosta dugo	dugo
Vrijeme mjerenja	dugo	kratko	kratko
Cijena uređaja	srednja	srednja	visoka
Utjecaj nagiba površine	ne	da	da
Osjetljivost na utjecaj okoline	nije jako osjetljiv	osjetljiv	jako osjetljiv
Utjecaj refleksivnosti površina	ne	da	ne
Ovisnost o provodljivosti površina	ne	da	da
Mogućnost oštećenja površine	lagano	ne	ne

Valja istaknuti da upravo skenirajući mikroskopi predvode sa izuzetno visokim vertikalnim i uzdužnim rezolucijama, no zato su njihovi rasponi mjerenja mali. Kod elektroničko-mehaničkih uređaja s ticalom imamo velike mjerne raspone i u vertikalnom i u uzdužnom smjeru, no znatno manje vrijednosti rezolucija, nego što je to slučaj kod skenirajućih mikroskopa.

Pri mjerenju s uređajima s ticalom može doći do oštećenja površine uslijed prolaza igle, odnosno nožice ticala mjernog uređaja. Kod beskontaktnih mjernih metoda, poput optičkih metoda ili skenirajućih mikroskopa takva mogućnost oštećenja površine ne postoji.

4 ETALONI U PODRUČJU MIKRO- I NANOMJERITELJSTVA

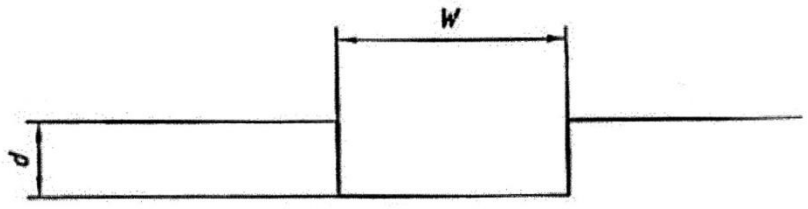
4.1 Pregled značajki dostupnih etalona

Značajke etalona za provjeru i podešavanje uređaja s ticalom u području mikromjeriteljstva definirane su normom ISO 5436-1:1996. U navedenoj normi izvršena je sistematizacija etalona s obzirom na njihovu namjenu, odnosno njihovu geometriju. Pa je tako definirano pet tipova etalona unutar kojih se nalaze podskupine različitih struktura mjernih površina (tablica 4.1).

Tablica 4.1 Tipovi i nazivi etalona za umjeravanje sukladno ISO 5436-1:1996

Tip etalona	Naziv etalona
A	Etalon dubine brazde
B	Etalon za provjeru stanja igle ticala
C	Etalon sa slijedom jednolikih brazdi
D	Etalon sa slijedom nejednolikih brazdi
E	Etalon za provjeru profila koordinata uređaja

Etaloni dubine brazde - Tip A1 imaju široke brazde s ravnim dnom ili više tako odvojenih brazdi jednake ili veće dubine ili širine. Svaka brazda je dovoljno široka da bude neosjetljiva na oblik ili stanje igle ticala. Široke brazde s ravnim dnom su karakterizirane sa širinom *W* i dubinom *d* (slika 4.1). Etaloni Tipa A su prvenstveno namijenjeni za provjeru i podešavanje vertikalne komponente uređaja.

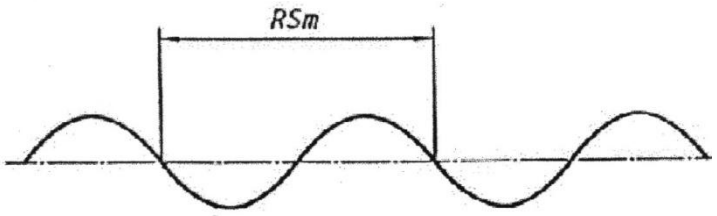


Slika 4.1 Etalon dubine brazde - Tip A1

Etalon valovitosti - Tip C koristi se za umjeravanje računalne jedinice pomoću parametara hrapavosti, najčešće pomoću parametra „srednje aritmetičko odstupanje profila“, *Ra*. Također se može koristiti za umjeravanje uzdužnih komponenti ako je korak profila unutar granica prihvatljivih za tu namjenu.

Omjer između koraka i dubine brazde mora biti izveden tako da utjecaj električnog filtra i polumjera igle ticala na mjerni rezultata parametara hrapavosti bude minimalan.

Etaloni Tipa C imaju profile ponavljajućih brazdi jednostavne geometrije (sinusoidni, trokutasti ili žljebasti oblik). Na slici 4.2 prikazan je etalon Tipa C1, brazda sa sinusoidnim profilom.



Slika 41.2 Etalon hrapavosti - Tip C1

No danas su dostupni interferencijski mikroskopi, elektronski mikroskopi i mikroskopi s pretražnim sondama za koje proizvođači iskazuju razlučljivost na razini 0,1 nm ili manje. Uz te uređaje proizvođači isporučuju i etalon namijenjen provjeri x, y i z komponenata mjernog uređaja. Kako se radi o području koje još uvijek nije normirano, na tržištu se nalazi cijeli niz etalona različitih geometrija i mjernih raspona. Ono što je tim etalonima u pravilu zajedničko jest činjenica da su namijenjeni samo tipu mjernog uređaja za kojeg su i osmišljeni i kao takvi ne mogu biti mjerljivi na ostalim tipovima mjernih uređaja.

I proizvođači koji su specijalizirani za proizvodnju etalona izrađuju ih prema pojedinim skupinama mjernih instrumenata. Tako imamo etalone koji su namijenjeni isključivo za mikroskope sa skenirajućom sondom te ih zbog njihove minijaturizacije ne možemo koristiti na uređajima s ticalom, ili primjerice imamo mjernu površinu etalona koja je pogodna za kontaktna mjerenja, ali ne ispunjava uvjete za optička mjerenja ili mjerenja tunelirajućim strujama.

Popisati i izvršiti određenu sistematizaciju etalona koji se danas koriste u području mikro- i nanomjeriteljstva predstavlja golemi trud. U tablici 4.1 u nastavku disertacije predstavljen je popis etalona. Etaloni su grupirani s obzirom na koordinatnu os mjernog uređaja za čiju provjeru i podešavanje su namijenjeni te s obzirom na njihovu strukturu (pojedinačni korak ili višestruki koraci, rešetkasta geometrija). Tako su etaloni koji su u tablici 4.1 naznačeni oznakama od A.01 do A.09 namijenjeni umjeravanju z-osi mjernih uređaja, a etaloni su pojedinačnog koraka. Etaloni označeni oznakama od B.01 do B.03, kao i etaloni oznaka od C.01 do C.06 također služe za umjeravanje vertikalne komponente mjernih uređaja, ali se kod etalona s oznakama „B“ radi o etalonima s višestrukim koracima, dok su etaloni oznaka „C“ rešetkaste geometrije.

Etaloni označeni oznakama od D.01 do D.05 te etaloni oznaka od E.01 do E.13 služe za umjeravanje uzdužnih komponenti mjernih uređaja. Kod etalona s oznakama „D“ radi se o etalonima s višestrukim koracima. Te etalone je potrebno zakrenuti za 90° kako bi se provelo umjeravanje obje uzdužne komponente mjernih uređaja. Kod etalona oznake „C“ radi se o rešetkastoj geometriji, prikladnoj za provedbu umjeravanja x i y komponente uređaja bez potrebe za zakretanjem etalona.

Okosnicu pregleda etalona iz tablice 4.2 čini popis koji je u veljači 2009. godine objavio PTB (*Physikalisch-Technische Bundesanstalt*) [25, 26]. Oval tabelarni pregled sadrži trenutno dostupne etalone koji se mogu koristiti kao etaloni za provjeru i podešavanje komponenta x, y i z uređaja s ticalom, optičkih uređaja, pretražnih elektronskih mikroskopa ili pak mikroskopa sa skenirajućom sondom. Etaloni su navedeni proizvoljnim redoslijedom, bez rangiranja i davanja prednosti. Ova tablica ne predstavlja preporuku niti znači da su navedeni etaloni nužno najbolji i/ili jedini raspoloživi za navedenu svrhu.

Tablica 4.2 Pregled etalona u području mikro- i nanomjeriteljstva

Broj	Raspon mjerenja, nm	Opis	Raspon uzdužnog mjerenja, µm	Podloga		Prevlaka		Napomena	Površina mjerenja, mm	Slika
				Materijal	Dimenzija, mm	Materijal	Debljina, nm			
A.01	50 nm…… 1000 µm	Brazde pravokutnog profila i brazde s nagibom od 54 ° 100 µm širine, 6 mm dužine	≥ 50 x 50	Silicij (Si)	50 x 50			Prikladno za mikroskope	50 x 50	
A.02	5, 15, 30	Koloidne zlatne sfere raspršene na tinjcu		Liskun (tinjac)	∅ 9,9	Koloidno zlato	5….30	Prikladno za uređaje s ticalom; postavljen na ploči ∅ 15 mm	∅ 9,9	
A.03	20, 50, 100, 200, 500, 1000, 5000, 10000	Ploča pravokutnog profila 100 µm širine, 750 µm dužine		SiO_2	25 x 25 x 9	Krom (Cr)	90	Raznovrsna ispitivanja	25 x 25 x 9	
A.04	8, 18, 44, 88, 180, 450, 940	Ploča pravokutnog profila 100 µm širine, 750 µm dužine		SiO_2	25 x 25 x 3	Krom (Cr)	90	Raznovrsna ispitivanja	25 x 25 x 3	
A.05	1800, 8000, 24000, 50000	Etalon dubine. Brazda 1 mm širine, 2,5 mm dužine		SiO_2	25 x 25 x 3	Krom (Cr)	90	Prevlačenje je opcionalno; prikladno za uređaje s ticalom	25 x 25 x 3	
A.06	20,……,9000	Brazde različitih širina za različite dubine brazdi		SiO_2	40 x 20 x 10			Prikladno za uređaje s ticalom	40 x 20 x 10	

Tablica 4.2 Pregled etalona u području mikro- i nanomjeriteljstva

Broj	Raspon mjerenja, nm	Opis	Raspon uzdužnog mjerenja, µm	Podloga		Prevlaka		Napomena	Površina mjerenja, mm	Slika
				Materijal	Dimenzija, mm	Materijal	Debljina, nm			
A.07	30,…,3000	3 brazde pravokutnog profila 100 µm širine, 6 mm dužine		Silicij (Si)	∅ 37,3	Krom (Cr)		Prikladno za uređaje s ticalom	∅ 37,3	
A.08	1, 5, 20, 50, 200, 450, 600, 900, 1000, 2000, 5000 µm	Brazde s nagibom od 55 °, razmakom između brazda 400 µm, ravnim dnom širine 300 µm	≥ 1200..... 8100	Bakar (Cu)	45 x 23	Nikal (Ni)	20	Tip 900: raspon mjerenja (1…900) µm Tip 5000 raspon mjerenja (5…5000) µm	45 x 23	
A.09	Stepenice visina: 7, 20, 70, 300, 800	Na silicijevoj podlozi nalaze se tri SiO_2 stepenice širina: 5, 30 i 100 µm		Silicij (Si)	5 x 5	Krom (Cr)	100		5 x 5	
B.01	20, 100, 500,1000, 1500	SiO_2 pravokutni profil s korakom 3 µm (tip TGZ) ili 10 µm (tip TGZ 11)	≤ 3000 x 3000	Silicij (Si)	5 x 5 x 0,45	Si_3N_4			5 x 5 x 0,45	
B.02	1750	SiO_2 brazde trapeznog profila s korakom 10 µm (tip TGF)	≤ 3000 x 3000	Silicij (Si)	5 x 5 x 0,45	Si_3N_4			5 x 5 x 0,45	
B.03	0,13 nm 0,31 nm	10 stepenica po 1 µm ili 10 µm	≤ 6000 x 6000	Silicij (Si)	10 x 10			Zahtjeva se što manje vlaga; poželjno korištenje isušivala	10 x 10	

Tablica 4.2 Pregled etalona u području mikro- i nanomjeriteljstva

Broj	Raspon mjerenja, nm	Opis	Raspon uzdužnog mjerenja, µm	Podloga			Prevlaka		Napomena	Površina mjerenja, mm	Slika
				Materijal	Dimenzija, mm		Materijal	Debljina, nm			
C.01	20, 31	Model šahovske ploče, korak 2 µm	≤ 400 x 400	Silicij (Si)	5 x 5					5 x 5	
C.02	18, 44, 100, 180	Saćasta struktura, korak 1,8 / 3 / 5 µm	≤ 270 x 270	Silicij (Si)	12 x 8 x 0,675		Platina (Pt)	40	3 mjerna područja različitog koraka po etalonu. Izrađuju se i bez prevlake	12 x 8 x 0,675	
C.03	18, 44, 100, 180	Saćasta struktura, korak 3 / 10 / 20 µm	≤ 270 x 270	Silicij (Si)	12 x 8 x 0,5		Platina (Pt)	40	3 mjerna područja po etalonu	12 x 8 x 0,5	
C.04	18, 44, 100, 180	Saćasta struktura, korak 3 µm	≤ 1200 x 1200	Silicij (Si)	8 x 8		Platina (Pt)	40	Također se koristi i kao lateralni etalon	8 x 8	
C.05	18, 44, 100, 180	Saćasta struktura, korak 10 µm	≤ 4000 x 4000	Silicij (Si)	8 x 8		Platina (Pt)	40	Također se koristi i kao lateralni etalon	8 x 8	
C.06	8, 24, 80, 240, 800, 2400	Rešetkaste i saćaste strukture, (8-240) korak 4 µm, (800 i 2400) korak 16 µm i 40 µm	≤ 200 x 200 ≤ 1000 x 1000	Silicij (Si)	5 x 7		Platina / Iridij (Pt / Ir)	70	Postavljen na disku ∅ 12 mm	5 x 7	

Tablica 4.2 Pregled etalona u području mikro- i nanomjeriteljstva

Broj	Raspon mjerenja, nm	Opis	Raspon uzdužnog mjerenja, µm	Podloga		Prevlaka		Napomena	Površina mjerenja, mm	Slika
				Materijal	Dimenzija, mm	Materijal	Debljina, nm			
D.01	10,…2500	Dubina 517 µm	250,… 62500	Silicij (Si)	75 x 20			ISO 5436-1 Tip C3	75 x 20	
D.02	750	Replika teksture CD-a (kompaktnog diska) u niklu	≤ 6350	Nikal (Ni)	∅ 6,35 0,3 mm debljine				∅ 6,35	
D.03	3000	Lateralni etalon s radijusom ruba <10 nm, visina 1,8 µm	≤ 3000 x 3000	Silicij (Si)	5 x 5 x 0,45			Upotrebljava se i za provjeru stanja ticala	5 x 5 x 0,45	
D.04	300, 700	Lateralni etalon visine 100 nm		Silicij (Si)	3 x 4 x 0,5	Volfram (W)	60	Postavljen na čeličnom disku ∅ 15 mm	3 x 4 x 0,5	
D.05	30, 50	Pravokutni profil Ga30Al70/GaAs heterostrukture; dva mjerna područja s koracima 30 nm,50 m		Ga30Al70/ GaAs		Ga30Al70 /GaAs prirodna oksidacija				

Tablica 4.2 Pregled etalona u području mikro- i nanomjeriteljstva

Broj	Raspon mjerenja, nm	Opis	Raspon uzdužnog mjerenja, µm	Podloga		Prevlaka			Napomena	Površina mjerenja, mm	Slika
				Materijal	Dimenzija, mm	Materijal	Debljina, nm				
E.01	20 nm	Krom (Crr) na SiO_2 podlozi	120 mm x 120 mm	SiO_2	175 x 175					175 mm x 175 mm	
E.02	1800, 3000, 5000	Saćasta struktura: stepenice: (18, 44, 100, 180) nm	≤ 270 x 270	Silicij (Si)	12 x 8 x 0,675	Platina (Pt)	40		3 mjerna područja različitog koraka po etalonu. Izrađuju se i bez prevlake	12 x 8 x 0,675	
E.03	3000, 10000, 20000	Saćasta struktura: stepenice: (18, 44, 100, 180) nm	≤ 270 x 270	Silicij (Si)	12 x 8 x 0,5	Platina (Pt)	40		3 mjerna područja po etalonu	12 x 8 x 0,5	
E.04	3000	Saćasta struktura: stepenice: (18, 44, 100, 180) nm	≤ 1200 x 1200	Silicij (Si)	8 x 8	Platina (Pt)	40		Također se koristi i kao etalon dubine	8 x 8	
E.05	10000	Saćasta struktura: stepenice: (18, 44, 100, 180) nm	≤ 4000 x 4000	Silicij (Si)	8 x 8	Platina (Pt)	40		Također se koristi i kao etalon dubine	8 x 8	
E.06	100, 300	Niz negativnih piramida dubina 35 nm i 100 nm	≤ 200 x 200	Silicij (Si)	5 x 7				Jetkane rupe. Oblik definiran kristalni svojstvima	5 x 7	

Tablica 4.2 Pregled etalona u području mikro- i nanomjeriteljstva

Broj	Raspon mjerenja, nm	Opis	Raspon uzdužnog mjerenja, µm	Podloga			Prevlaka		Napomena	Površina mjerenja, mm	Slika
				Materijal	Dimenzija, mm		Materijal	Debljina, nm			
E.07	1000, 3000, 10000	Geometrija krnji piramida visine 100 nm	≤ 2000 x 2000	Silicij (Si)	5 x 7		Platina (Pt)	100		5 x 7	
E.08	3000	Model šahovske ploče, visina 900 nm	≤ 2000 x 2000	Silicij (Si)	5 x 5 x 0,45					5 x 5 x 0,45	
E.09	300	Izbočine imaju, umjesto ravne, blago zaobljenu gornju površinu, visina 100 nm		Silicij (Si)	3 x 4 x 0,5		Volfram (W)	60		3 x 4 x 0,5	
E.10	200	Niz negativnih piramida, dubina 70 nm	≤ 500 x 500	Silicij (Si)	7 x 7				Jetkane rupe. Oblik definiran kristalni svojstvima	7 x 7	
E.11	463 (2160 linija / mm)	SiO_2 pravokutni profil, korak 3 µm (tip TGZ)					Zlato (Au)	-	AFM: bez prevlake STM: prevučen, bez postavljanja na ploču		
E.12	1500	Model sačaste strukture, visine 100 nm	≤ 100 x 100	Staklo / Krom (Cr)							
E.13	Korak: 160, 200, 230, 260, 300, 500, 700, 1000, 4000 širina linije: 80 nm	x-y rešetke, struktura linijskih rešetaka.	10 x 10	SiO_2	8 x 8		Si	25		8 x 8	

Pregledom značajki etalona iz tablice 4.2 valja istaknuti nekoliko činjenica. Prva je svakako izbor materijala za izradu struktura etalona. U 75 % slučajeva radi se o siliciju ili silicijevom-dioksidu.

Česte su i uporabe prevlaka među kojima ne postoji materijal koji se može izdvojiti s obzirom na učestalost. Materijali koji se koriste kao izbor za prevlaku Si, odnosno SiO_2 struktura su Cr, Ni, Si_3N_4, Pt, Ir, W ili Au.

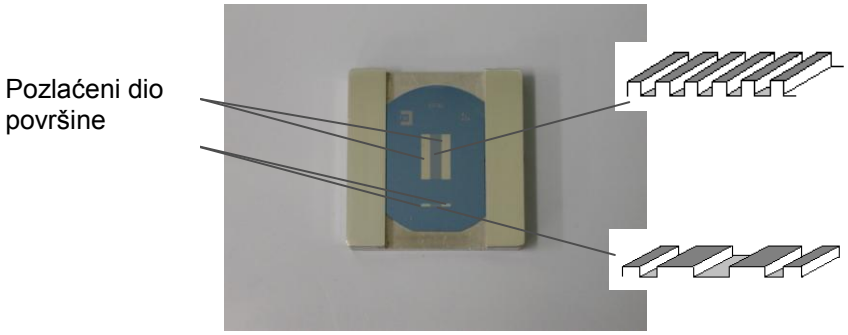
Što se tiče mjernih struktura, one su uistinu raznovrsne, i možemo ih pronaći u obliku stepenica, žljebova, saća, rešetkastih struktura, modela šahovskih ploča ili pak CD replika i dr.

Isto tako iskazani mjerni rasponi znatno se razlikuju od etalona do etalona. Promotrimo li tako mjerne raspone etalona namijenjenih za umjeravanje z osi uređaja vidimo da je kod, primjerice, etalona navedenog pod A.02 iskazani vertikalni raspon (5–30) nm, dok se kod etalona A.05 te vrijednosti kreću u rasponu od (1800–50000) nm.

Ono što je većini etalona zajedničko to su male dimenzije samih etalona. Ako se radi o pravokutnim uzorcima, duljine stranica u pravilu ne prelaze 10 mm. No u tablici 4.2 navedeni su i etaloni čije su površine 25 mm x 25 mm ili čak 50 mm x 50 mm. Takvi etaloni izrađeni su za provjeru i podešavanje uređaja kojim se mogu pretraživati velike površine, poput elektroničko-mehaničkih uređaja s ticalom.

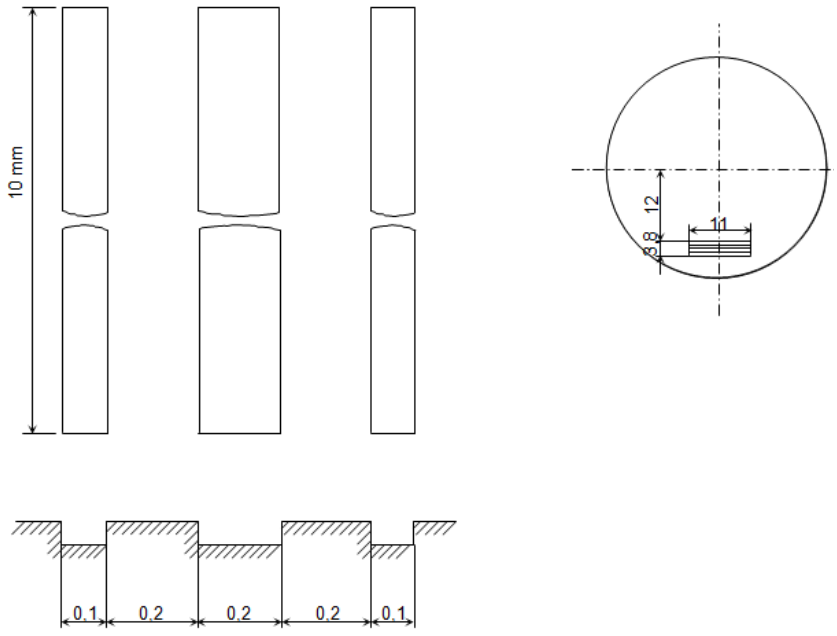
4.2 Referentni etaloni hrapavosti LFSB-a

Ono što referentne etalone LFSB-a čini karakterističnim su dvije mjerne površine (slika 4.3). Jednu mjernu površinu čini slijed pravokutnih brazdi, dok je druga mjerna površina etalon dubine realiziran kroz tri pravokutne brazde od kojih je srednja najšira [27].



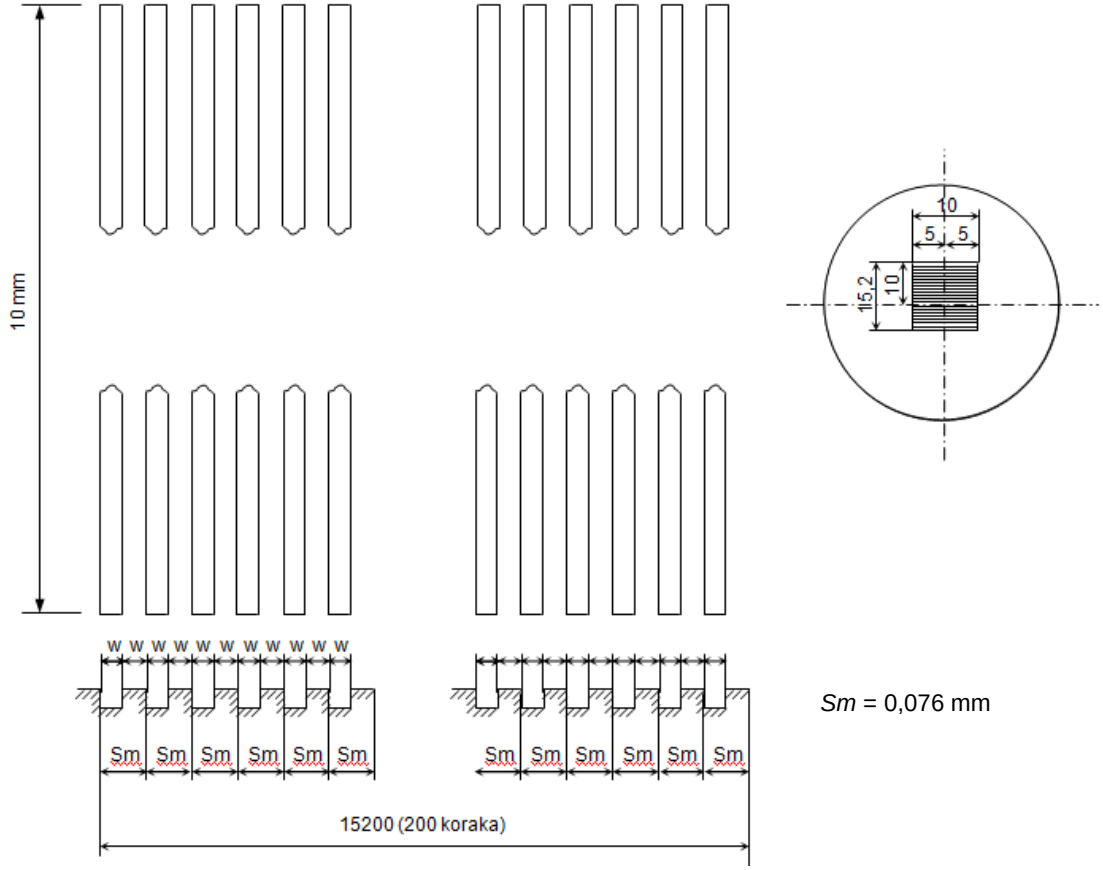
Slika 4.3 Mjerne površine

Mjerna površina s tri široke pravokutne brazde smještena je unutar pravokutnika obrubljenog uskom brazdom, a služi za umjeravanje uređaja koji se podešavaju etalonom sa samo jednom brazdom. Sa svake strane mjerne površine također se nalazi pozlaćen sloj koji omogućuje interferencijska mjerenja dubine brazde. Mjerna površina s tri široke brazde prikazana je na slici 4.4.



Slika 4.4 Mjerna površina s tri široke brazde

Mjerna površina sa slijedom pravokutnih brazdi (slika 4.5) veličine je 15 mm x10 mm. Središnji dio mjerne površine služi za umjeravanje računalne jedinice mjernog uređaja, ukoliko je uređaj takav da se podešava etalonom sa slijedom brazdi. Ona također služi za provjeru etalona koji je isporučen s mjernim uređajem od strane proizvođača i koji služi za podešavanje uređaja. Sa svake strane mjerne površine nalazi se pozlaćeni sloj koji služi za interferencijska mjerenja dubine brazde *d*.



Slika 4.5 Mjerna površina sa slijedom pravokutnih brazdi

Skupnom tablicom 4.3 prikazane su nazivne dimenzijske karakteristike niza referentnih etalona hrapavosti LFSB.

Tablica 4.3 Nazivne dimenzijske karakteristike niza referentnih etalona hrapavosti

Broj etalona	Nazivna vrijednost R_a µm	Karakteristike pravokutnog profila			Dimenzija mjerne površine	
		Dubina brazde *d* µm	Korak *RSm* mm	Širina brazde *W* mm	Dužina mm	Širina mm
1	0,025	0,050				
2	0,050	0,100				
3	0,100	0,200				
4	0,200	0,400	0,076	0,038	10	6
5	0,400	0,800				
6	0,800	1,600				
7	1,200	2,400				
8	1,600	3,200				

5 ISPITIVANJE ZNAČAJKI POSTOJEĆIH ETALONA HRAPAVOSTI LFSB-a

5.1 Referentni etaloni hrapavosti LFSB-a

Niz godina referentni etaloni hrapavosti LFSB bili su korišteni kao etaloni za umjeravanje elektroničko-mehaničkih uređaja s ticalom. Na etalonima su provedena i brojna interferencijska mjerenja dubina brazdi, kao i elipsometrijska mjerenja debljina SiO_2 sloja. No sa značajnim razvojem mjerne opreme u području dimenzionalnog nanomjeriteljstva značajke postojećih referentnih etalona hrapavosti LFSB-a više nisu dostatne posebice s aspekta zahtijevanih razina mjernih nesigurnosti u postupku mjerenja dubine brazde.

Kako je to opisano u poglavlju 4.2, na dijelove mjernih površina referentnih etalona LFSB nanijet je tanki sloj zlata kako bi se ostvarili uvjeti za interferencijsko mjerenje. Na tako realiziranim etalonima dubina brazde može se mjeriti kontaktnom metodom, uobičajeno na elektroničko-mehaničkim uređajima s ticalom, te interferencijskom metodom. Posredno, mjereći debljinu SiO_2 sloja elipsometrijskom metodom može se doći do informacije o dubini brazde *d*.
No, s obzirom na činjenicu da pri mjerenju dubine brazde moramo koristiti različito izrađene mjerne površine s obzirom na različite mjerne metode, javlja se pitanje koliko na mjerni rezultat utječe sama mjerna površina, a koliko mjerna metoda, odnosno mjerni uređaj.

Zbog poteškoća u osiguravanju uvjeta obnovljivosti rezultata ostvarenih sa različitim mjernim metodama te činjenice da se u zadnja dva desetljeća bilježi snažan razvoj mjerne opreme u područje nanomjeriteljstva, odlučeno je utvrditi vrijednosti odstupanja u rezultatima mjerenja dubina brazdi koristeći različite dostupne mjerne metode. Kako bi što veći broj mjernih uređaja, odnosno mjernih metoda uključili u ovo istraživanje LFSB je pokrenuo *EURAMET Project 1012* u suradnji s Nacionalnim mjeriteljskim institutima Italije i Egipta.

5.2 Usporedbeno mjerenje dubine brazde

Mjerenje je provedeno na sedam etalona nazivnih dubina brazdi (100; 240; 860; 1600; 2100; 2700; 4100) nm. Kao što je već rečeno, sudionici u interkomparaciji bili su Nacionalni mjeriteljski instituti Italije, Egipta i Hrvatske, te kao pridruženi član Institut Ruđer Bošković.

U Hrvatskoj je dubina brazde mjerena kontaktnom metodom na elektroničko-mehaničkom uređaju s ticalom *Perthometer C5D* (slika 5.1). Mjerenja su provedena i beskontaktnim, optičkim metodama na interferencijskom mikroskopu *Epival-Interphako* (slika 5.2) te elipsometru *AutoEL IV* (slika 5.3).

Slika 5.1 Interferencijski mikroskop *Epival-Interphako*

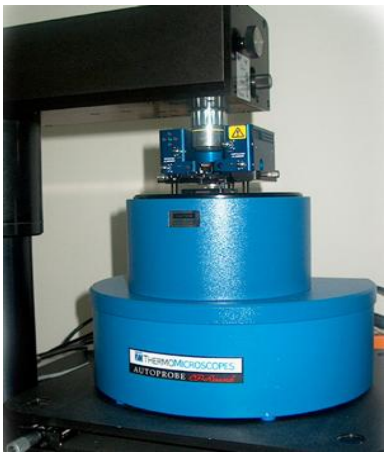
Slika 5.2 Elipsometar *AutoEL IV*

Slika 5.3 Elektroničko-mehanički uređaj s ticalom *Perthometer C5D*

U Nacionalnom institutu Italije - INRIM mjerenja su provedena kontaktnom metodom s uređajem s ticalom *Talystep 1* (slika 5.4).

Slika 5.4 Uređaj s ticalom *Talystep 1*

Na mikroskopu atomskih sila AFM *Thermomicroscope Autoprobe CP* (slika 5.5) te na interferometru s bijelim svjetlom *Zygo NewView 200* (slika 5.6) dubina brazde mjerena je u Nacionalnom institutu Egipta – NIS.



Slika 5.5 AFM *Thermomicroscope Autoprobe CP*

Slika 5.6 Interferometar *Zygo NewView 200*

U tablici 5.1 dan je kratki pregled primijenjenih mjernih metoda, korištenih mjernih instrumenata i načina osiguravanja sljedivosti.

Tablica 5.1 Sudionici, mjerne metode, instrumenti i sljedivost

Institut	Metoda mjerenja	Instrument	Sljedivost
LFSB	ST	Elektroničko-mehanički uređaj sa ticalom *Perthometer C5D*	Umjereni etaloni
	IM	Interferometrijski mikroskop *Epival-Interphako*	Jodno stabilizirani He-Ne laser
LFSB-IRB	PL	Elipsometar *AutoEL IV*	Umjereni etaloni
IMGC	ST	Uređaj s ticalom *Talystep 1*	Precizni aktuator pomaka
NIS	SPM	AFM *Thermomicroscope Autoprobe CP*	Umjeren prema uputama proizvođača (*self calibration*)
	IM – wls	Interferometar *Zygo NewView 200 (white light scanning)*	Umjereni etaloni
	IM - fs	Interferometar *Zygo NewView 200 (faze shifting)*	Umjereni etaloni

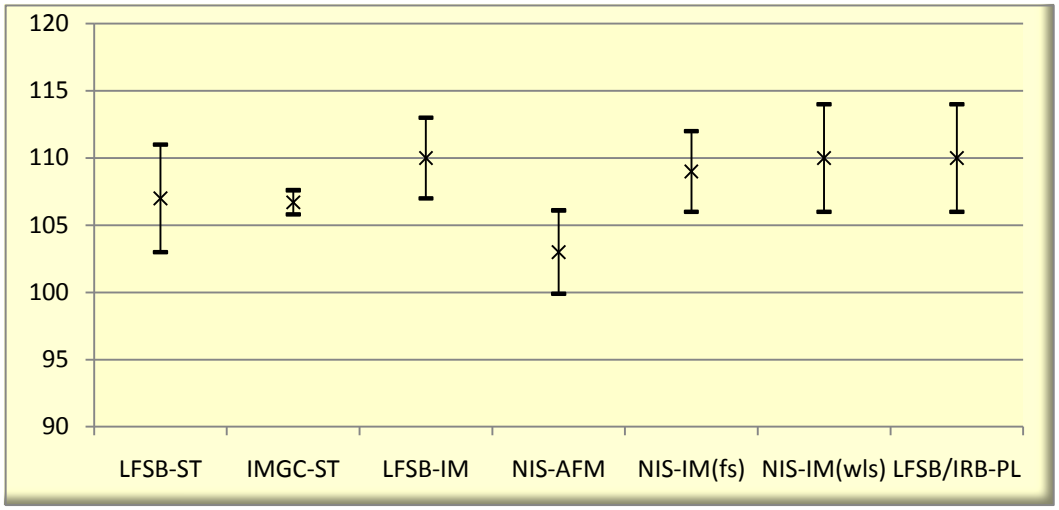
Ostvareni rezultati mjerenja, uz proširene mjerne nesigurnosti U iskazane uz faktor pokrivanja $k = 2$, $P = 95$ % prikazani su u tablici 5.2.

Tablica 5.2 Rezultati mjerenja dubine brazdi Vrijednosti u nm

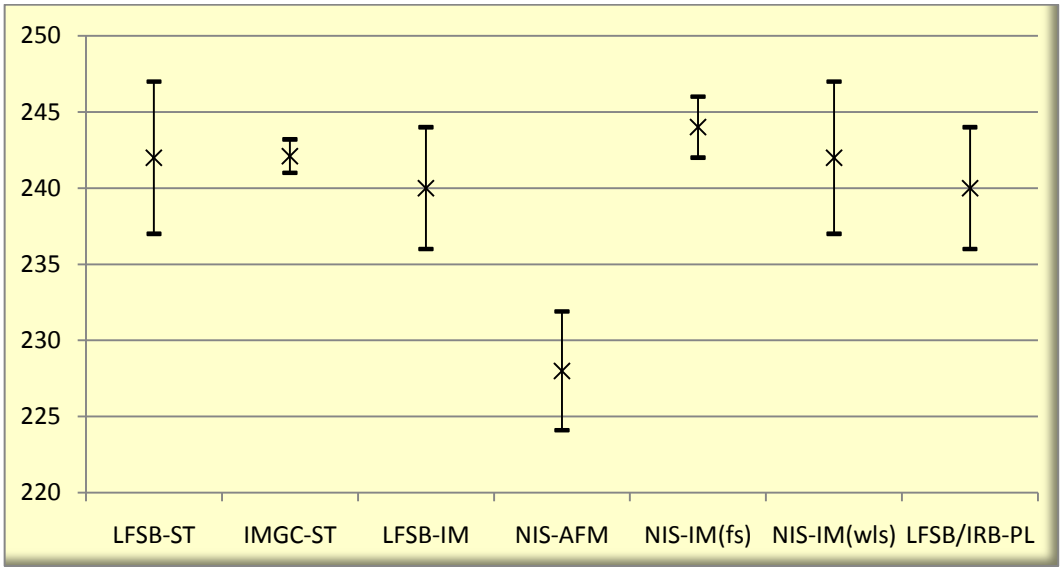
Nazivna dubina		LFSB-ST	IMGC-ST	LFSB-IM	LFSB-IRB	NIS-IM (fs)	NIS-IM (wls)	NIS-AFM
100	*d*	107	106,7	110	110	109	110	103
	U	4	0,9	3	4	3	4	3,1
240	*d*	242	242,1	240	240	244	242	228
	U	5	1,1	4	4	2	5	3,9
860	*d*	856	861	860	857	859	*	790
	U	8	2,6	4	4	9		2,3
1600	*d*	1654	1656,2	1660	1652	1658	1659	1477
	U	16	4,8	6	12	6	9	8,2
2100	*d*	2166	2167	2167	2153	2170	2170	1888
	U	21	5,6	10	13	12	10	19,3
2700	*d*	2736	2739,4	2731	2730	2738	2734	2327
	U	27	6,3	10	13	8	10	65
4100	*d*	4149	4155,1	4167	4139	4146	4166	3298
	U	41	10	10	15	26	36	45,3

*Etalon nije mjeren.

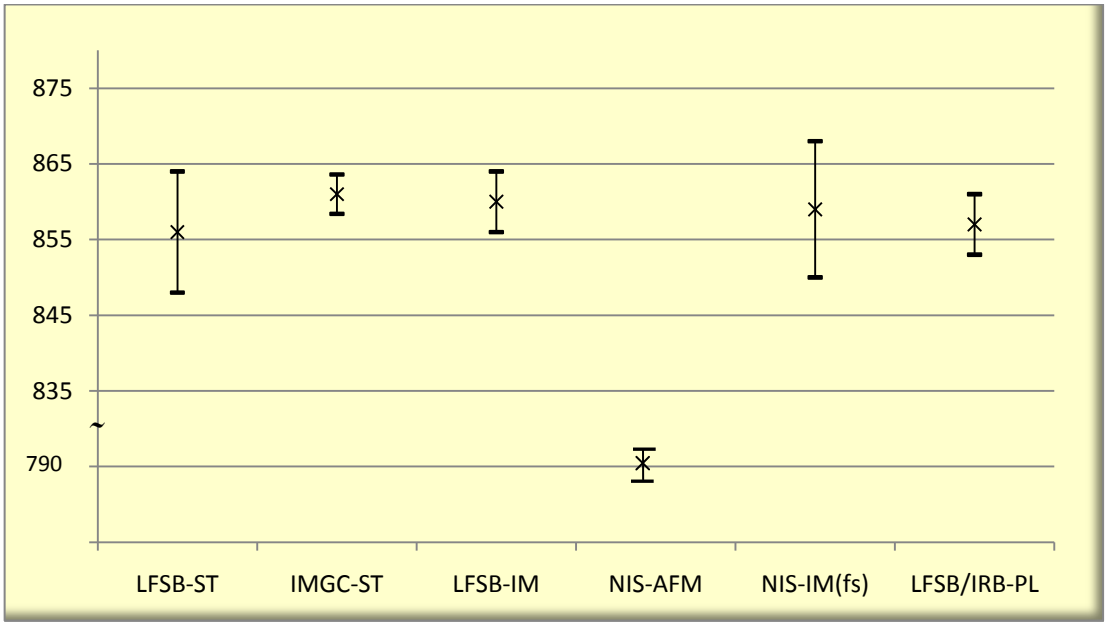
Rezultati usporedbenih mjerenja dubina brazde s iskazanim mjernim nesigurnostima, prema nazivnim dubinama, grafički su prikazani na slikama od 5.7 do 5.13.



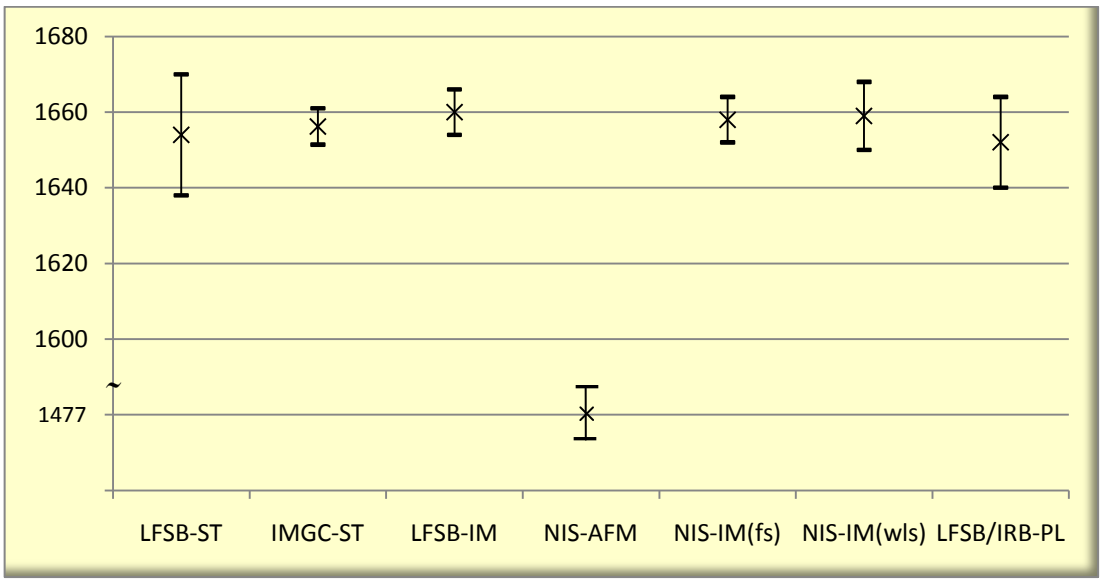
Slika 5.7 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 100 nm



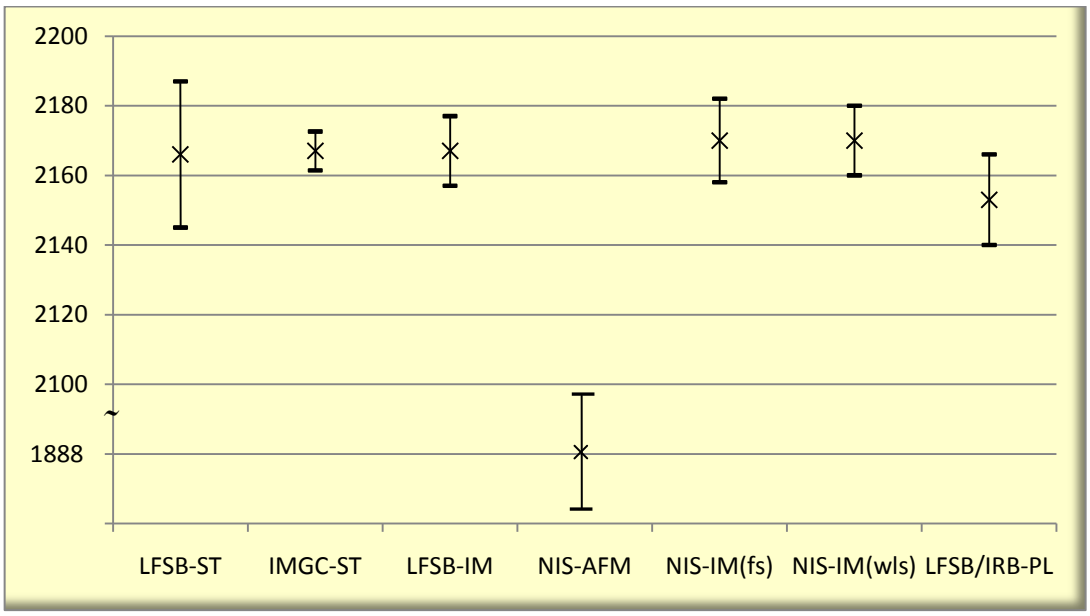
Slika 5.8 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 240 nm



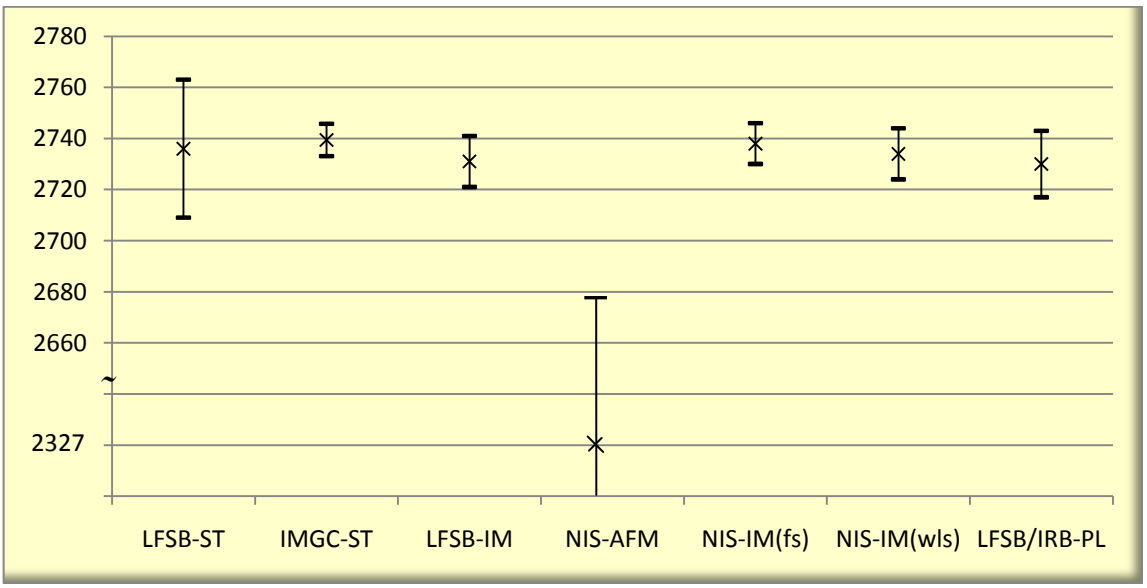
Slika 5.9 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 860 nm



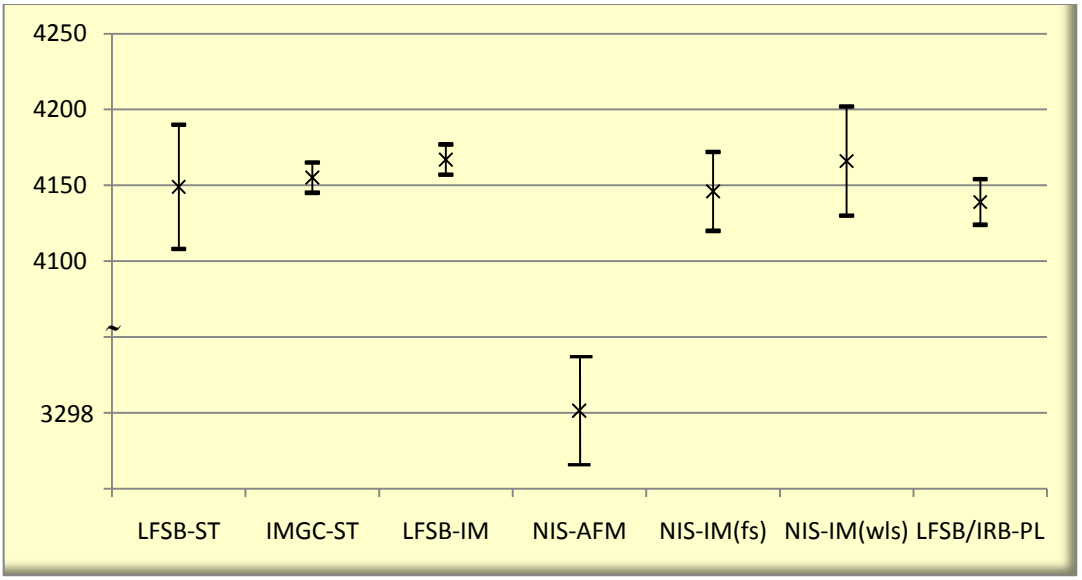
Slika 5.10 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 1600 nm



Slika 5.11 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 2100 nm



Slika 5.12 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 2700 nm



Slika 5.13 Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde nazivno 4100 nm

5.3 Analiza rezultata mjerenja

Ostvareni rezultati mjerenja pokazuju dobru usporedivost unutar deklariranih razina mjernih nesigurnosti s iznimkom rezultata izmjerenih na AFM-u. Kompatibilnost rezultata mjerenja potvrđena je računanjem faktora slaganja *En.* Vrijednost *En* računata je temeljem izraza:

$$En = \frac{\left|\overline{d_1} - \overline{d_2}\right|}{\sqrt{(U_1)^2 + (U_2)^2}} \tag{5.1}$$

gdje je:

En – faktor slaganja
$\overline{d_1}$ – rezultat mjerenja jednog laboratorija sudionika
$\overline{d_2}$ – rezultat mjerenja drugog laboratorija sudionika
U_1 – mjerna nesigurnost jednog laboratorija sudionika
U_2 - mjerna nesigurnost drugog laboratorija sudionika

Mjerenja su usporediva ako je vrijednost *En* manja od 1. Izračunate vrijednosti *En* prema nazivnim dubinama prikazane su u tablicama od 5.3 do 5.9.

Tablica 5.3 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 100 nm

	LFSB-ST	IMGC-ST	LFSB-IM	LFSB/IRB-PL	NIS-IM(fs)	NIS-IM(wls)	NIS-AFM
LFSB-ST	0	0,059	0,469	0,469	0,343	0,469	0,680
IMGC-ST	-0,059	0	0,805	0,805	0,734	0,805	1,146
LFSB-IM	0,469	0,805	0	0,000	0,200	0,000	1,383
LFSB/IRB-PL	0,469	0,805	0	0	0,200	0,000	1,383
NIS-IM(fs)	0,343	0,734	0,200	0,200	0	0,200	1,391
NIS-IM(wls)	0,469	0,805	0	0	0,200	0	1,383
NIS-AFM	0,680	1,146	1,383	1,383	1,391	1,383	0

Tablica 5.4 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 240 nm

	LFSB-ST	IMGC-ST	LFSB-IM	LFSB/IRB-PL	NIS-IM(fs)	NIS-IM(wls)	NIS-AFM
LFSB-ST	0	0,020	0,312	0,312	0,371	0	2,208
IMGC-ST	0,020	0	0,506	0,506	0,832	0,020	3,480
LFSB-IM	0,312	0,506	0	0,000	0,894	0,312	2,148
LFSB/IRB-PL	0,312	0,506	0,000	0	0,894	0,312	2,148
NIS-IM(fs)	0,371	0,832	0,894	0,894	0	0,371	3,651
NIS-IM(wls)	0	0,020	0,312	0,312	0,371	0	2,208
NIS-AFM	2,208	3,480	2,148	2,148	3,651	2,208	00

Tablica 5.5 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 860 nm

	LFSB-ST	IMGC-ST	LFSB-IM	LFSB/IRB-PL	NIS-IM(fs)	NIS-AFM
LFSB-ST	0	0,594	0,447	0,112	0,249	7,929
IMGC-ST	0,594	0	0,210	0,838	0,213	20,453
LFSB-IM	0,447	0,210	0	0,530	0,102	15,171
LFSB/IRB-PL	0,112	0,838	0,530	0	0,203	14,521
NIS-IM(fs)	0,249	0,213	0,102	0,203	0	7,428
NIS-AFM	7,929	20,453	15,171	14,521	7,428	0

Tablica 5.6 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 1600 nm

	LFSB-ST	IMGC-ST	LFSB-IM	LFSB/IRB-PL	NIS-IM(fs)	NIS-IM(wls)	NIS-AFM
LFSB-ST	0	0,132	0,351	0,100	0,234	0,272	9,845
IMGC-ST	0,132	0	0,495	0,325	0,234	0,275	18,860
LFSB-IM	0,351	0,495	0	0,596	0,236	0,092	18,011
LFSB/IRB-PL	0,100	0,325	0,596	0	0,447	0,467	12,041
NIS-IM(fs)	0,234	0,234	0,236	0,447	0	0,092	17,814
NIS-IM(wls)	0,272	0,275	0,092	0,467	0,092	0	14,948
NIS-AFM	9,845	18,860	18,011	12,041	17,814	14,948	0

Tablica 5.7 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 2100 nm

	LFSB-ST	IMGC-ST	LFSB-IM	LFSB/IRB-PL	NIS-IM(fs)	NIS-IM(wls)	NIS-AFM
LFSB-ST	0	0,046	0,043	0,526	0,165	0,172	9,747
IMGC-ST	0,046	0	0	0,989	0,227	0,262	13,883
LFSB-IM	0,043	0,000	0	0,854	0,192	0,212	12,835
LFSB/IRB-PL	0,526	0,989	0,854	0	0,961	0,937	11,388
NIS-IM(fs)	0,165	0,227	0,192	0,961	0	0,000	12,408
NIS-IM(wls)	0,172	0,262	0,212	0,937	0,000	0	12,973
NIS-AFM	9,747	13,883	12,835	11,388	12,408	12,973	0

Tablica 5.8 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 2700 nm

	LFSB-ST	IMGC-ST	LFSB-IM	LFSB/IRB-PL	NIS-IM(fs)	NIS-IM(wls)	NIS-AFM
LFSB-ST	0	0,123	0,174	0,200	0,071	0,069	5,811
IMGC-ST	0,123	0	0,711	0,651	0,137	0,457	6,315
LFSB-IM	0,174	0,711	0	0,061	0,547	0,212	6,143
LFSB/IRB-PL	0,200	0,651	0,061	0	0,524	0,244	6,080
NIS-IM(fs)	0,071	0,137	0,547	0,524	0	0,312	6,276
NIS-IM(wls)	0,069	0,457	0,212	0,244	0,312	0	6,189
NIS-AFM	5,811	6,315	-6,143	6,080	6,276	6,189	0

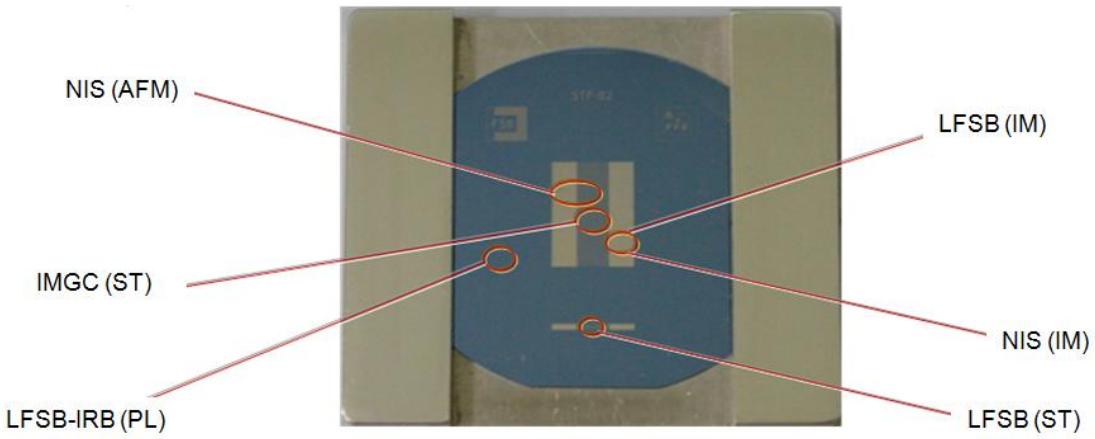
Tablica 5.9 Vrijednosti *En* za etalon nazivne dubine brazde 4100 nm

	LFSB-ST	IMGC-ST	LFSB-IM	LFSB/IRB-PL	NIS-IM(fs)	NIS-IM(wls)	NIS-AFM
LFSB-ST	0	0,145	0,427	0,229	0,062	0,312	13,928
IMGC-ST	0,145	0	0,841	0,893	0,327	0,292	18,476
LFSB-IM	0,427	0,841	0	0,993	0,754	0,027	18,732
LFSB/IRB-PL	0,229	0,893	0,993	0	0,233	0,692	17,624
NIS-IM(fs)	0,062	0,327	0,754	0,233	0	0,450	16,236
NIS-IM(wls)	0,312	0,292	0,027	0,692	0,450	0	15,001
NIS-AFM	13,928	18,476	18,732	17,624	16,236	15,001	0

Očito je da s povećanjem nazivne vrijednosti dubine brazde rezultati ostvareni na AFM-u linearno padaju u odnosu na mjerne rezultate ostvarene drugim mjernim uređajima. Budući da je utvrđeni trend linearan, može se pretpostaviti da se radi o sustavnoj pogrešci mjernog uređaja. Nadalje prilikom mjerenja etalona na AFM-u po prvi put se pojavio problem njihove veličine. Naime uzorci su 50 mm u promjeru i kao takvi ne mogu se mjeriti na većini mikroskopa sa skenirajućim sondama zbog ograničenja veličine prihvata na tim uređajima.

S obzirom na različite zahtjeve primijenjenih metoda na mjernu površinu i mjerna područja su različita. Na slici 5.14 prikazana su mjerna područja s obzirom na korištene metode mjerenja.
Interferometrijska mjerenja provedena su na pozlaćenom dijelu mjerne površine sa slijedom brazdi. Kontaktna merenja na elektroničko-mehaničkom uređaju provedena su na nepozlaćenom dijelu mjerne površine s tri široke brazde. Elipsometrijska mjerenja debljine SiO_2 provedena su izvan mjernih površina etalona, dok su mjerenja mikroskopom atomskih sila provedena na mjernoj površini sa slijedom brazdi. Valja naglasiti da su u ovom radu prikazani mjerni rezultati dubine brazde na AFM ostvareni na nepozlaćenom dijelu mjerne površine.

Ista linearna pogreška AFM-a je utvrđena i na pozlaćenom dijelu površine sa slijedom brazdi. Kontaktna mjerenja na uređaju s ticalom *Talystep 1* ostvarena su na nepozlaćenom dijelu mjerne površine sa slijedom brazdi.

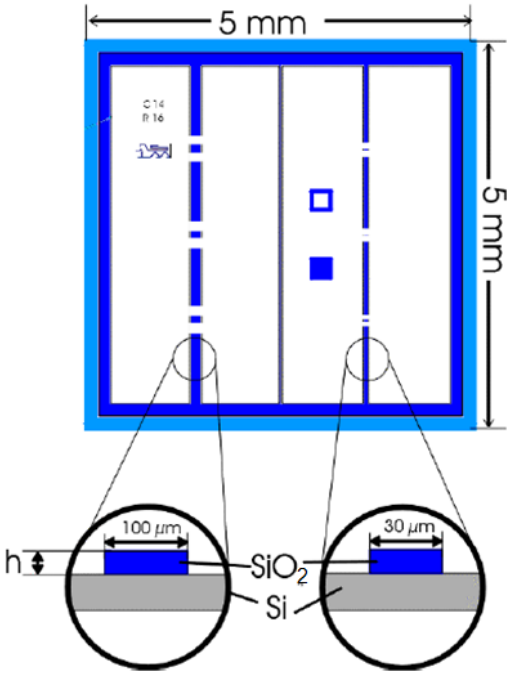


Slika 5.14 Mjerna područja

Postavlja se pitanje u kojoj mjeri na ostvarene mjerne rezultate utječe činjenica da su ostvareni na različito izrađenim mjernim površinama, a koliko je na mjerni rezultat utjecala sama metoda mjerenja.

Izračunate vrijednosti *En* potvrdile su dobro slaganje ostvarenih mjernih rezultata unutar deklariranih razina mjernih nesigurnosti. Jedna od utjecajnijih veličina u proračunu mjerne nesigurnosti jest svakako utjecaj samog predmeta mjerenja. S obzirom na veličine mjernih površina postojećih etalona i uzimajući u obzir da su etaloni proizvedeni tehnologijom od prije trideset godina, odstupanja na mjernim površinama postojećih etalona ne mogu zadovoljiti zahtjeve u području dimenzionalnog nanomjeriteljstva.

U interkomparaciji NANO 2, a čiji su rezultati objavljeni u kolovozu 2003. godine [28], mjereno je pet etalona različitih nazivnih vrijednosti visina stepenice (7 nm, 20 nm, 70 nm, 300 nm i 800 nm). Etaloni su bili lijepljeni na čelične pločice promjera 12 mm, a dimenzije samih etalona bile su 5 mm x 5 mm, (slika 5.15).



Slika 5.15 Prikaz etalona mjerenog u NANO 2 interkomparaciji

Kao i unutar EURAMET projekta 1012, i u NANO 2 interkomparaciji etaloni su mjereni na uređajima s ticalom, na interferometrijskim mikroskopima i na mikroskopima sa skenirajućom sondom. No nesigurnosti iskazane u NANO 2 interkomparaciji znatno su manje nego nesigurnosti ostvarene unutar projekta gdje su mjereni postojeći referentni etaloni hrapavosti LFSB-a. Primjerice mjerne nesigurnosti u postupku mjerenja stepenice nazivne visine 70 nm kretale su se u rasponu od 0,86 nm do 5,0 nm.

Mjerne nesigurnosti iskazane u NANO 2 interkomparaciji upućuju na to da mjerne površine mjerenih etalona imaju izuzetno mala odstupanja od ravnosti i paralelnosti stepenice i njezine okoline. U protivnom ne bi bilo moguće ostvariti mjernu nesigurnost u iznosu od 0,92 nm koliko je, primjerice, iskazao Nacionalni mjeriteljski institut iz Japana za stepenicu nazivne visine 800 nm.

Kako je već rečeno, veličina etalona mjerenih u NANO 2 interkomparaciji iznosila je 5 mm x 5 mm te su bili mjereni na SPM-ovima u osam mjeriteljskih instituta. U okviru EURAMET Projekta 1012 bila su planirana i mjerenja na STM-u, kao i dodatna mjerenja na AFM-u, no zbog veličine postojećih etalona LFSB-a prihvati tih SPM-ova nisu bili dostatni.

6 PRIJEDLOG NOVOG REFERENTNOG ETALONA HRAPAVOSTI

Na osnovi rezultata istraživanja značajki etalona u području mikro- i nanomjeriteljstva te rezultata mjerenja ostvarenih unutar EURAMET Projekta 1012 u radu je predložen model etalona hrapavosti u području nanomjeriteljstva. Kao što je u poglavlju 4.2 navedeno, nazivne dubine brazdi postojećih etalona kreću se u rasponu od 50 nm do 4000 nm.

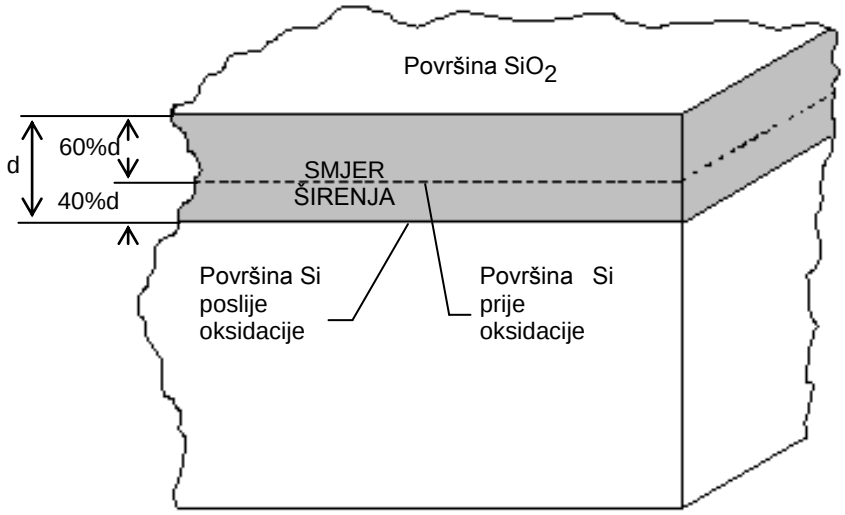
Svrha razvoja novog etalona jest da se u LFSB-u osigura mjeriteljska baza za dimenzionalno mjeriteljstvo u području ispod 50 nm.

6.1 Izbor materijala

U tablici 4.2 navedeni su etaloni koji se danas koriste u području mikro i nanomjeriteljstva. Ukupno, tablica broji 36 etalona, od kojih je 27 izrađeno od silicija ili silicijevog-dioksida.

Kao polazni materijali za izradu tih etalona upotrijebljene su monokristalne strukture silicija u obliku silicijske pločice (*wafer*). Postupak dobivanja sloja SiO_2 na silicijskoj pločici izvodi se u pećima za termičku oksidaciju Si na temperaturama od 700 ºC do 1250 ºC. Silicijske pločice stavljaju se u kvarcnu cijev peći za oksidaciju pri čemu se u cijev dovodi suhi kisik ili vodena para. Oksidacija u suhom kisiku izvodi se do dubine sloja SiO_2 od 1 µm.

Za veće dubine sloja provodi se oksidacija u vodenoj pari. Formiranje sloja SiO_2 na silicijskoj pločici prikazano je na slici 6.1.



Slika 6.1 Formiranje sloja SiO_2 na Si pločici

Na račun Si na međuplohi Si-SiO_2 raste oksidni sloj. Čestice kisika difundiraju kroz već nastali sloj silicij-dioksida i na međuplohi reagiraju sa silicijem. Adhezijski sloj vrlo čvrsto prijanja po cijeloj površini monokristala silicijske pločice, gdje se debljina SiO_2 ostvaruje s 40 % prodorom u dubinu ispod površine monokristala silicija, a sa 60 % rastom iznad te površine.

Na početku oksidacije brzina rasta oksida je veća, ali se s trajanjem oksidacije (sve većom debljinom oksida) smanjuje. Brzina oksidacije raste s povišenjem temperature.

Tako dobiven sloj SiO_2 na Si pločici ima čitav niz povoljnih svojstava u izradi vrhunskih etalona hrapavosti:

1. Velika tvrdoća sloja (povoljna za metodu dodira)
   - tvrdoća silicijskog sloja: 1223 ± 30,3 HV
   - tvrdoća silicij-dioksida: 1360 ± 90,1 HV

   Za površinu etalona za podešavanje uređaja s ticalom zahtijeva se tvrdoća veća od 750 HV.
2. Jednolik i kontinuiran rast sloja s obzirom na površinu silicija.
3. Čvrsto prianjanje sloja SiO_2 na cijeloj površini.
4. Jednostavno dobivanje debljine sloja.
5. Linearni koeficijent temperaturnog rastezanja SiO_2 sloja sličan je linearnom koeficijentu temperaturnog rastezanja Si sloja.

6. Mogućnost dobivanja brazda kemijskim nagrizanjem bez prodiranja u sloj osnovnog materijala Si.

Iskustvo LFSB-a s etalonima kod kojih su strukture izrađene u siliciju, odnosno silicijevom-dioksidu, pokazalo je da su takve strukture vremenski izuzetno postojane. Dodatno, zbog velikog broja etalona izrađenih u strukturi Si/SiO_2, povoljnih svojstava tih materijala i mogućnosti izrade ujednačenih struktura na nano skali koristeći fotolitografski postupak, odabrani materijal za izradu novog etalona je silicij, odnosno silicijev-dioksid.

6.2 Odabir mjernih površina

Prema dostupnim informacijama etaloni LFSB-a s dvije mjerne površine, od kojih je jedna slijed brazdi, a drugu površinu čine tri široke brazde, dan-danas su jedinstveni. Kako bi osigurali usporedivost s postojećim etalonima, i novi etaloni imat će dvije mjerne površine koje će činiti strukture pravokutne geometrije.

Nazivne dubine brazdi postojećih etalona kreću se u rasponu od 50 nm do 4000 nm. S novim etalonima osigurala bi se etalonska baza u području ispod 50 nm. Današnjom tehnologijom u navedenom području moguće je osigurati kontrolirani rast SiO_2 sloja iz monokristala silicija na razini odstupanja unutar 1 nm.

Kako je planirano da dubina brazde novih etalona bude mjerljiva i na interferencijskom mikroskopu *Epival-Interphako* u LFSB-u, pomak pruga interferencija mora biti oku razlučljiv. Granična vrijednost kod koje je na spomenutom mikroskopu još uvijek moguće utvrditi da se radi o pomaku pruga interferencije jest nazivna dubina brazde u iznosu od 20 nm.

Kako bi se osigurala poveznica vertikalnih komponenti postojećeg i novog etalona, planirana je izrada još jednog etalona s nazivnom dubinom brazde od 50 nm.

6.2.1 Mjerna površina sa slijedom pravokutnih brazdi

U normi ISO 5436-1:2000 [1] mjerna površina sa slijedom pravokutnih brazdi definira se kao etalon Tipa C. Takva mjerna površina služi za reprodukciju 2D i 3D parametara hrapavosti.

Kod postojećih etalona korak slijeda brazdi iznosi *RSm* = 80 µm, a preporučena vrijednost *cut-off-a* za taj korak iznosi λ_c = 0,8 mm.

Kako bi se zadržao odnos koraka slijeda brazdi i vrijednosti *cut-off-a* s postojećim etalonima, planirani korak novog etalona iznositi će *RSm* = 8 µm s pridruženom vrijednošću *cut-off-a* λ_c = 0,08 mm.

Kako je duljina ocjenjivanja pet puta veća od granične vrijednosti filtra, u slučaju novih etalona to znači da će duljina ocjenjivanja površine sa slijedom brazdi iznositi 0,40 mm.

Planirana je mjerna površina sa slijedom pravokutnih brazdi veličine 3 mm x 3 mm, čime je osigurana dovoljna duljina kretanja ticala elektroničko-mehaničkog uređaja. Ti uređaji nemaju mogućnost mikroskopskog pozicioniranja na mjerni uzorak, stoga nije odabrana manja mjerna površina.

Kako je to definirano normom ISO 3274:1996 [30] radijusi zakrivljenosti ticala mogu biti: *r* = (2; 5; 10) µm; a kut radijusa stošca α = 60 º, 90 º.

Kako je planirana mjerna površina sa slijedom brazdi dubina 20 i 50 nm i koraka 8 µm, valja provjeriti hoće li geometrija tih dimenzija biti mjerljiva na uređajima s ticalom.

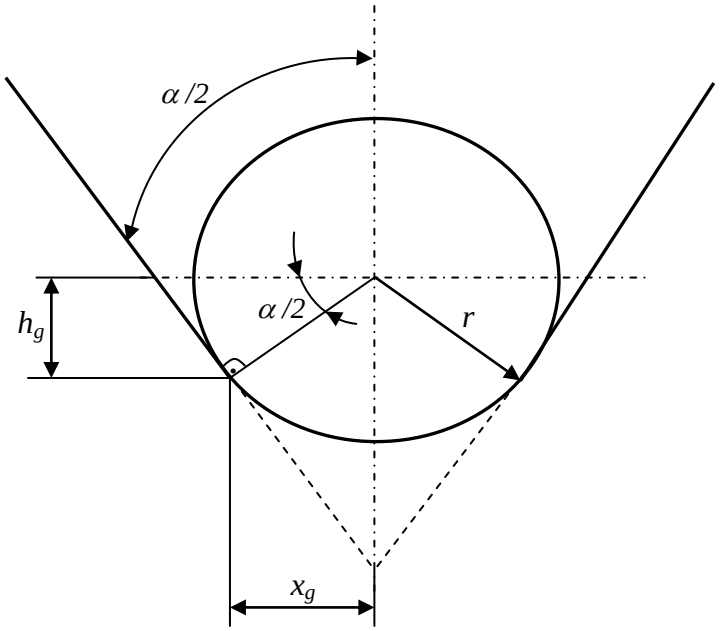
Jednoznačan utjecaj igle ticala na promjenu oblika polaznog stvarnog profila teško je definirati jer je on u funkciji geometrije polaznog profila.

Kako se ovdje radi o profilu poznatog pravokutnog oblika kojemu korak, širinu i dubinu brazdi poznajemo, postavljanje matematičkog modela tim je jednostavnije. Prema svom položaju, s obzirom na brazdu, igla djeluje na promjenu oblika profila brazde na dva načina. U području dubina do h_g (granična dubina) i uzdužnog pomaka ticala x_g granična dubina pomaka igle djeluje svojom zakrivljenom površinom *r*, a kod većih dubina konusom stošca α.

Zbog toga u matematičkom prikazu imamo dva slučaja:

- dubina brazde je manja od granične;
- dubina brazde je veća od granične.

Na slici 6.2 prikazana je igla ticala s veličinama koje ju određuju.



Slika 6.2 Igla ticala

Granična dubina h_g i granični pomak igle x_g mogu se izračunati na osnovi izraza:

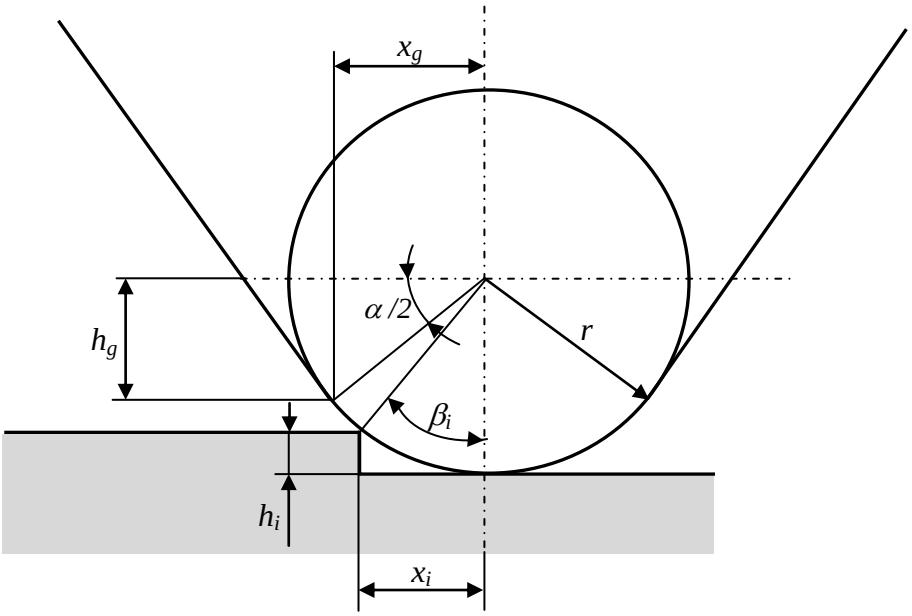
$$h_g = r \cdot \left[1 - cos\left(90 - \frac{\alpha}{2} \right) \right] \tag{6.1}$$

$$x_g = r \cdot sin\left(90 - \frac{\alpha}{2} \right) \tag{6.2}$$

Za maksimalne vrijednosti normom ISO 3274:1996 dozvoljenog radijusa ticala r = 10 μm, i konusa stošca α = 90 º granična dubina h_g iznosi 2,9 μm, a granični pomak igle x_g jednak je 7,07 μm.

Što se tiče uređaja s ticalom *Perthometer S8P*, gdje je radijus igle ticala r = 2 μm, a konusa stošca α = 60 º granična dubina h_g iznosi 1 μm, a granični pomak igle x_g jednak je 1,73 μm.

Kako je utvrđeno da se ovdje radi o slučaju gdje je granična dubina h_g manja od dubine brazde, a koja će kod novih etalona iznositi 20 nm, odnosno 50 nm, vrijede geometrijski odnosi kako je to prikazano na slici 6.3.



Slika 6.3 Geometrijski odnosi u slučaju kada je dubina brazde manja od granične

Tada diskretne vrijednosti ordinata h_i u ovisnosti o uzdužnom položaju x_i vrha igle ticala slijede iz izraza:

$$\cos\beta_i = \frac{r - h_i}{r} \qquad \sin\beta_i = \frac{x_i}{r} \tag{6.3}$$

a mogu se odrediti prema izrazu:

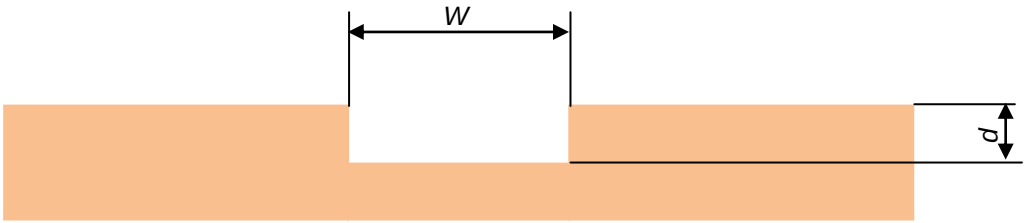
$$h_i = r \cdot \left[1 - cos\left(arc\,sin \frac{x_i}{r} \right) \right] \tag{6.4}$$

gdje su: h_i – diskretne vrijednosti ordinata,
x_i – diskretne vrijednosti uzdužnog položaja igle ticala,
r – radijus igle ticala.

Za maksimalne vrijednosti dozvoljenog radijusa ticala r = 10 μm, konusa stošca α = 90 °, te planirane vrijednosti dubine brazde h_i = 20 nm izračunate vrijednosti uzdužnog položaja igle ticala iznose x_i = 0,6 μm.
Za uređaj s ticalom *Perthometer S8P* (r = 2 μm, α = 60 °, h_i = *10 nm)* horizontalni položaj igle ticala iznosi x_i = 0,3 μm.

6.2.2 Mjerna površina sa širokim brazdama

Široka brazda definirana je u normi ISO 5436-1:2000 kao etalon Tip A1 (slika 6.4). Široke brazde s ravnim dnom su karakterizirane sa širinom *W* i dubinom *d.*



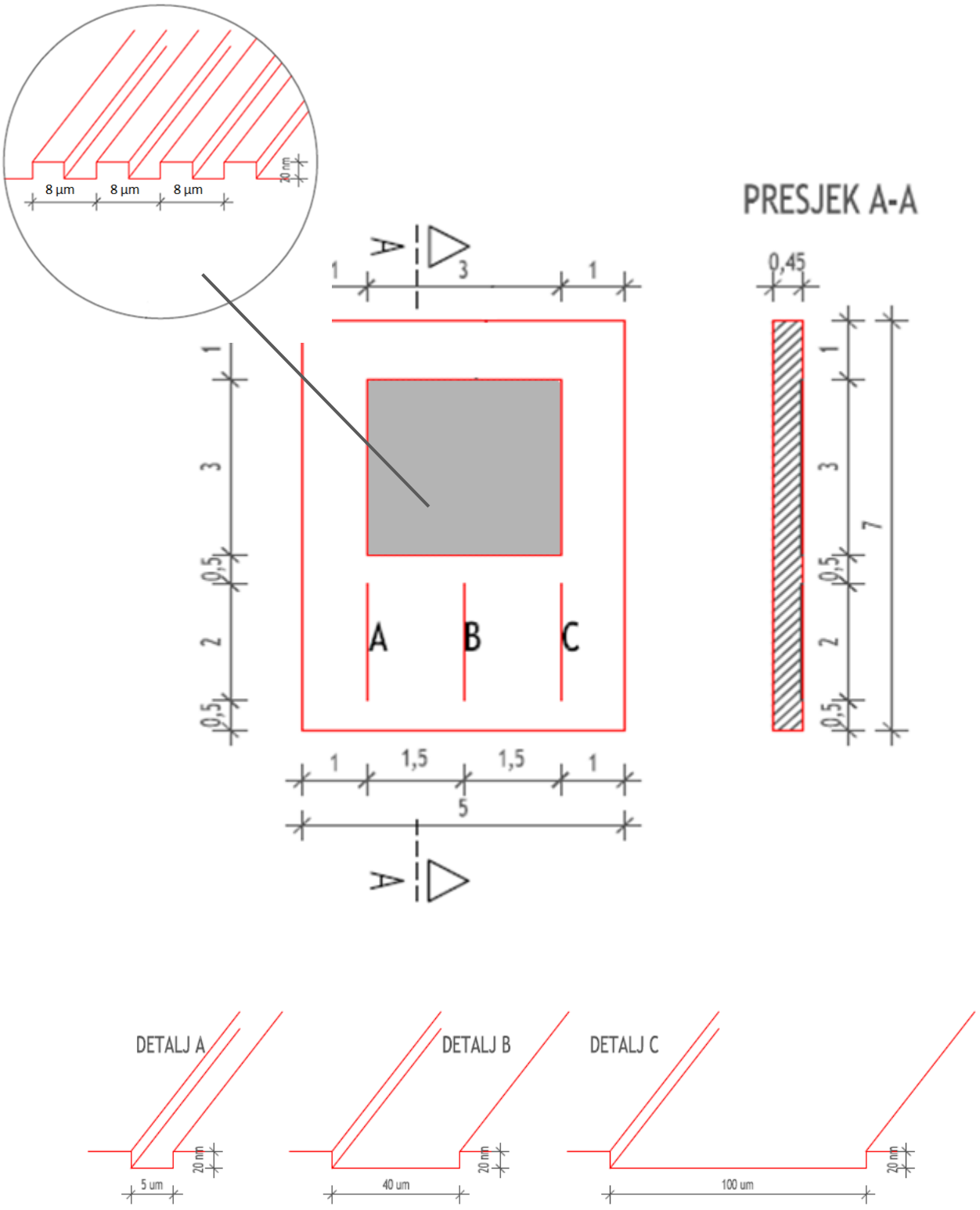
Slika 6.4 Karakteristične veličine brazde Tipa A1

Zbog ograničenja veličina mjernih površina mikroskopa sa skenirajućim sondama planirana je jedna brazda širine 5 μm. Za uređaje s ticalom i za uređaje na principu detekcije fokusa planirana je brazda širine 40 μm.

Na novom etalonu bit će još jedna brazda, širine 100 μm kako bi se osigurala poveznica s postojećim etalonima.
Planirana dužina širokih brazdi iznosi 2 mm.

6.3 Odabir veličine etalona

Mjerenja na STM-u i AFM-u koja su trebala biti provedena u IMGC-u, u okviru EURAMET Projekta 1012, nisu bila provedena zbog dimenzija postojećih etalona. Postojeći etaloni promjera su 50 mm i kao takvi nisu mogli stati u prihvate navedenih SPM-ova.
U tablici 4.1 navedene su dimenzije danas dostupnih etalona. Ukoliko se radi o pravokutnim oblicima, duljine stranica kreću se do 10 mm kako bi ti etaloni mogli stati u prihvate mikroskopa sa skenirajućim sondama.
Kako je već navedeno, novi etalon činit će dvije mjerne površine: mjerna površina sa slijedom brazdi veličine je 3 mm x 3 mm, dok su površine sa širokim brazdama duljine 2 mm. Stoga planirana veličina novog etalona iznosi 5 mm x 7 mm. Na slici 6.5 prikazan je model novog etalona.



Slika 6.5 Model novog etalona

6.4 Odabir materijala prevlake

Planirana struktura novog etalona u siliciju, odnosno silicijevom-dioksidu, nije pogodna za primjenu interferencijske metode mjerenja, kao i mikroskopije tunelirajućim strujama. Razlog tomu je transparentnost i električna nevodljivost sloja SiO_2.

Kako je interferencijska metoda mjerenja jedna od zastupljenijih u području mikro i nanomjeriteljstva te se njome osigurava sljedivost do definicije metra, važno je osigurati uvjete da novi etaloni budu mjerljivi i interferencijski.

Kod postojećih etalona to je riješeno nanošenjem tanke prevlake zlata na dijelove mjernih površina. No, kako zlato nema dovoljnu tvrdoću potrebnu za provedbu kontaktnih mjerenja, ona se provode na nepozlaćenim dijelovima mjernih površina. Zbog toga kod mjerenja postojećih etalona moramo koristiti različito izrađene mjerne površine s obzirom na različite mjerne metode te se postavlja pitanje koliko na mjerni rezultat utječe sama mjerna površina, a koliko mjerna metoda, odnosno mjerni uređaj.

Odabrani materijal prevlake novih etalona morat će osigurati uvjete za optička mjerenja (netransparentnost i visoka refleksivnost) te mjerenja koja zahtijevaju vodljivost mjerne površine. No materijal prevlake morat će zadovoljiti i zahtjeve na visoka mehanička svojstva te dobru prionjivost, uz zadržavanje primarne geometrije Si/SiO_2 strukture iste razine odstupanja od paralelnosti i ravnosti.

Materijal koji ima potrebna svojstva je krom. Krom je metal visoke tvrdoće *HV* = 1060 MPa. Kemijski je vrlo inertan pa ne oksidira ni u vlažnoj atmosferi, a s kisikom izgara tek na vrlo visokoj temperaturi (talište kroma je na 1907 °C). Električna vodljivost kroma iznosi $0{,}0774\ 10^{6}$ / cm Ω [31].

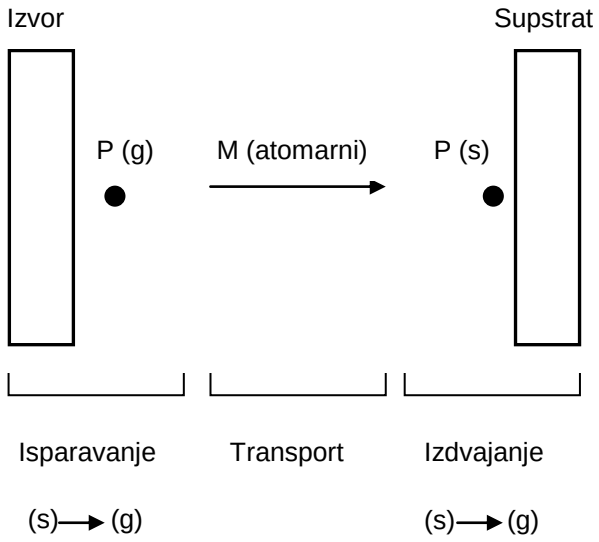
6.4.1 Nanošenje tanke prevlake kroma

Tanke prevlake kroma nanesene su PVD tehnologijom (engl. *Physical Vapour Deposition*) što je fizikalni postupak nanošenja prevlake iz parne faze. To znači da se deponirani materijal, dobiven na fizikalni način, iz čvrste faze prenosi (naparivanjem ili naprašivanjem) u parnu fazu. Parna faza prenosi se od izvora kroz vakuum ili plazmu na osnovni materijal, gdje se kondenzira u obliku tankog sloja.

Nanošenje tankih prevlaka naparivanjem odvija pod visokim vakuumom (ispod 10^{-5} mbar). Na taj način izbjegnuti su međusobni sudari isparenih atoma (jer bi se gubila energija i mijenja smjer gibanja) te eventualna kontaminacija rastućeg sloja [32]. U takvim je uvjetima srednji slobodni put čestica daleko veći od udaljenosti između izvora i podloge.

Kod svih PVD postupaka nanošenje tankih slojeva odvija se u tri faze (slika 6.6):

- razgradnja izvornog materijala na atome ili molekule ili klastere atoma ili molekula iz čvrstog u plinovito stanje;
- transport atoma ili molekula kroz vakuum do osnovnog materijala;
- deponiranje materijala u tankom sloju na osnovni materijal na kojem se odvijaju toplinsko-kemijske (površinske) reakcije, tj. prijelaz iz plinovitog u čvrsto stanje.

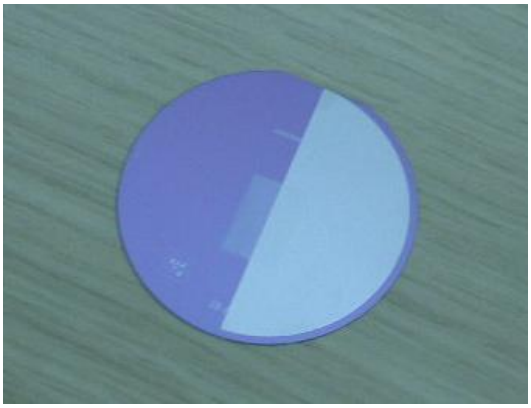


Slika 6.6 Shematski prikaz fizikalnog nanošenja iz parne faze [34]
(P – čestice, g – plinovito stanje, s – čvrsto stanje)

Brojne su podjele PVD tehnika. Prema načinu provođenja materijala iz čvrstog u plinovito stanje PVD se dijeli na tehnike koje se temelje na:

- principu toplinskog isparavanja materijala sa ili bez rastaljenog materijala (uz zagrijavanje na temelju električnog otpora, elektronskog snopa, električnog luka ili lasera);
- toplinskoj sublimaciji (izravan prijelaz materijala iz čvrstog u plinovito stanje);
- na principu raspršivanja (engl. *sputtering*) metala ili spoja u čvrstom stanju.

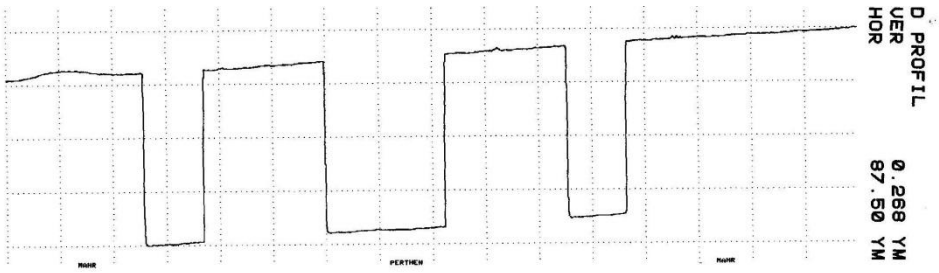
Kako bi se provjerile očekivane značajke prevlake kroma, tri postojeća etalona nazivnih dubina brazdi 50 nm, 200 nm i 800 nm prevučena su tankim slojem kroma. Prevlake su nanesene na 50 % površine etalona. Zbog uvjeta interferencijskih mjerenja nanesena prevlaka ne smije biti transparentna, stoga je odabrana debljina prevlake 100 nm. Na slici 6.7 prikazan je jedan od etalona s nanesenom prevlakom kroma.



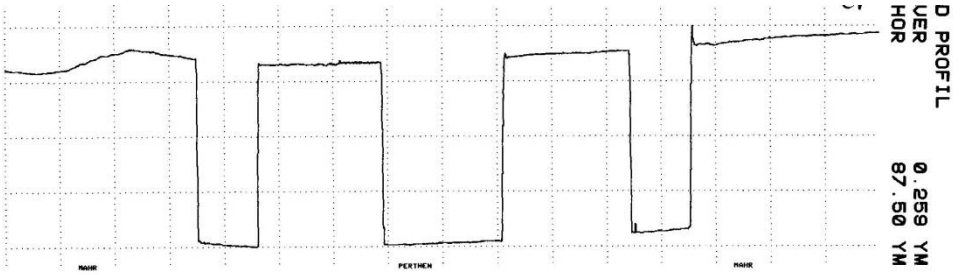
Slika 6.7 Etalon s nanesenom prevlakom kroma

.

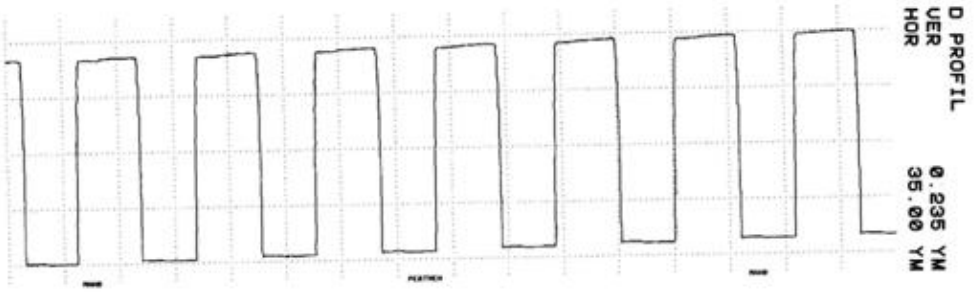
Kako bi se utvrdilo je li zadržana primarna geometrija Si/SiO_2 strukture, provedena su kontaktna mjerenja na uređaju s ticalom *Perthometer S8P*. Na slikama u nastavku disertacije (slike 6.8 do slika 6.17) prikazani su profili snimljeni na primarnoj strukturi Si/SiO_2 te profili snimljeni na kromom prevučenom dijelu površina.



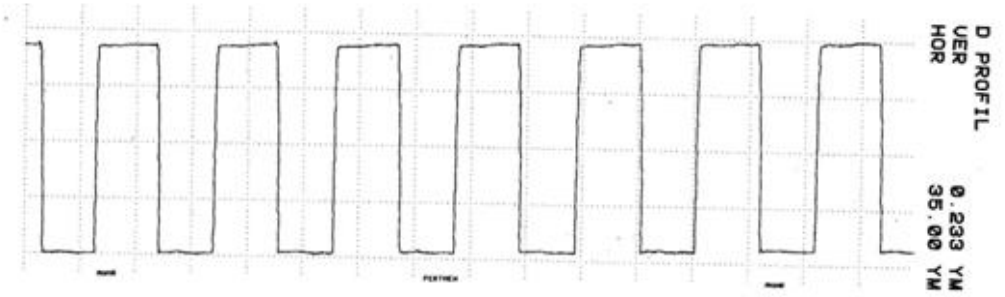
Slika 6.8 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm, površina s tri široke brazde. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO2



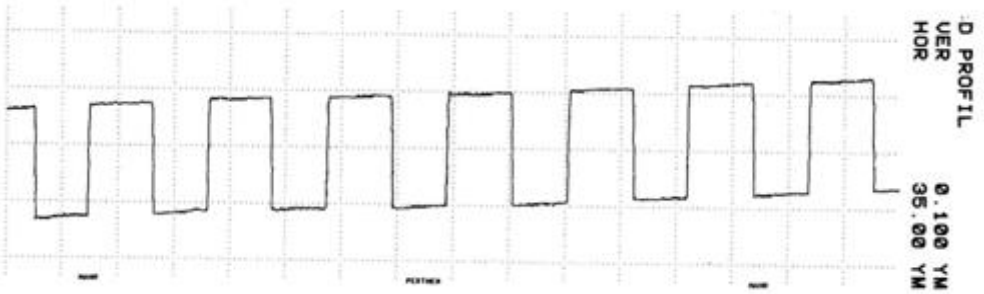
Slika 6.9 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm, površina s tri široke brazde. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom.



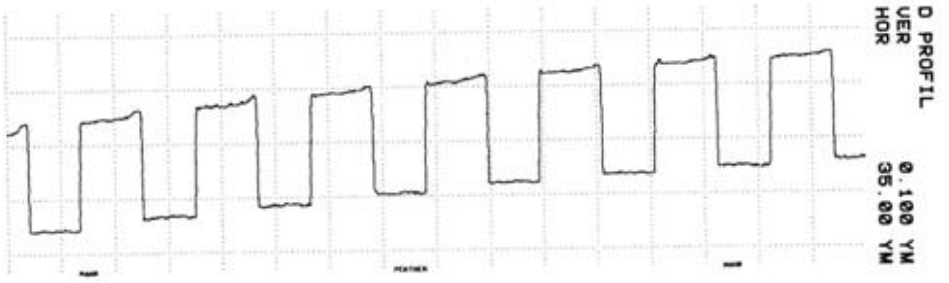
Slika 6.10 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO_2



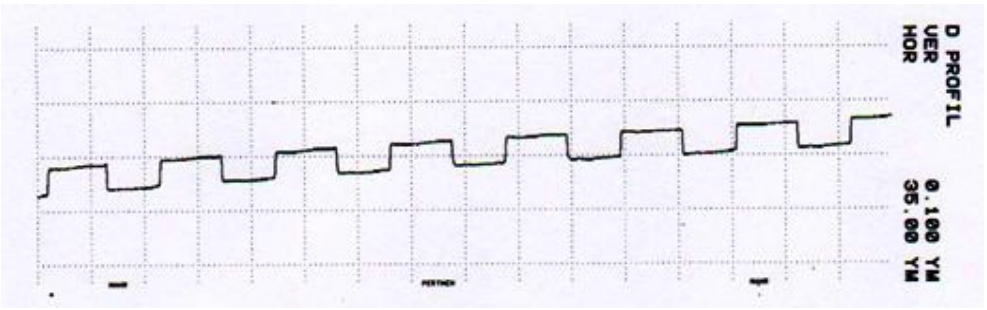
Slika 6.11 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom.



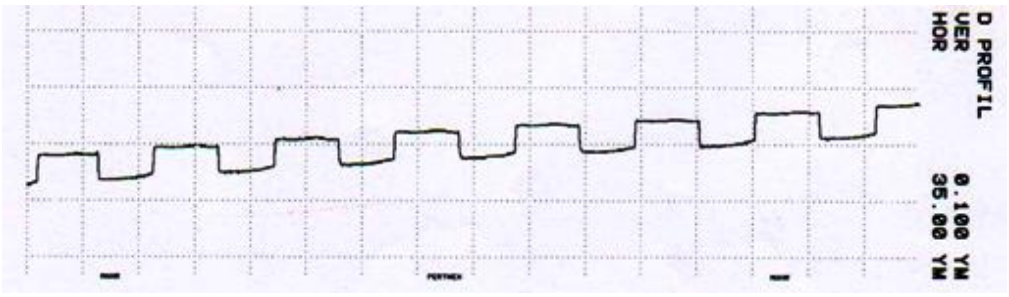
Slika 6.12 Etalon nazivne dubine brazde 200 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO_2



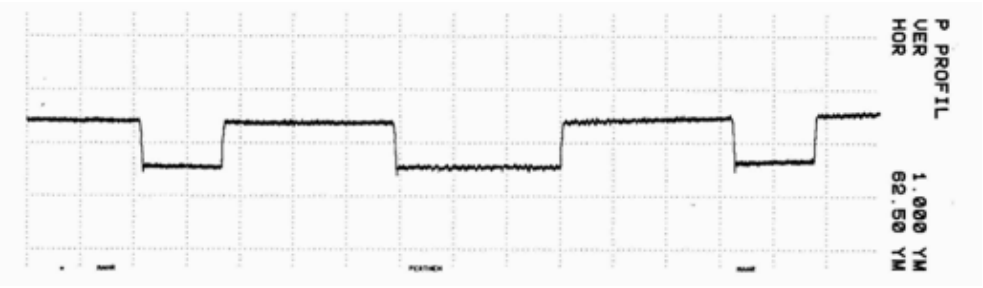
Slika 6.13 Etalon nazivne dubine brazde 200 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom.



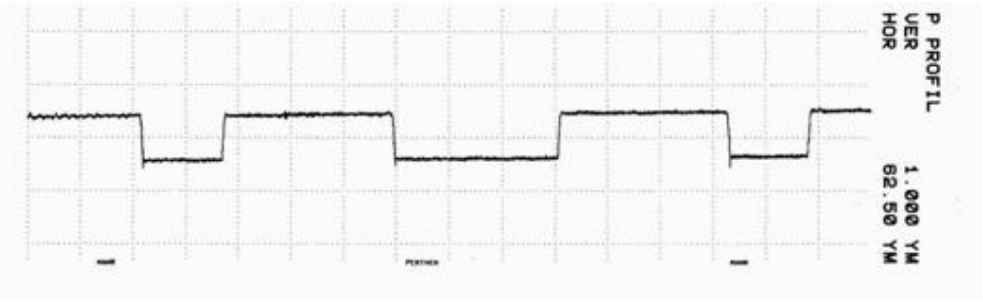
Slika 6.14 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO_2



Slika 6.15 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm, površina sa slijedom brazdi. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom.



Slika 6.16 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm, površina s tri široke brazde. Profil snimljen na primarnoj strukturi Si/SiO_2



Slika 6.17 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm, površina s tri široke brazde. Profil snimljen na površini prevučenoj kromom.

Prikazani profili s prethodnih slika potvrđuju da je na kromom prevučenom dijelu površina zadržana primarna geometrija strukture Si/SiO_2.

U nastavku ispitivanja na elektroničko-mehaničkom uređenju s ticalom C5D provedeno je mjerenje dubina brazdi na neprevučenom i kromom prevučenom dijelu mjernih površina. No kako je u postupku nanošenja kroma na etalon dubine brazde 50 nm došlo do njegovog loma, mjerenja dubine brazde na tom etalonu nisu bila provedena.

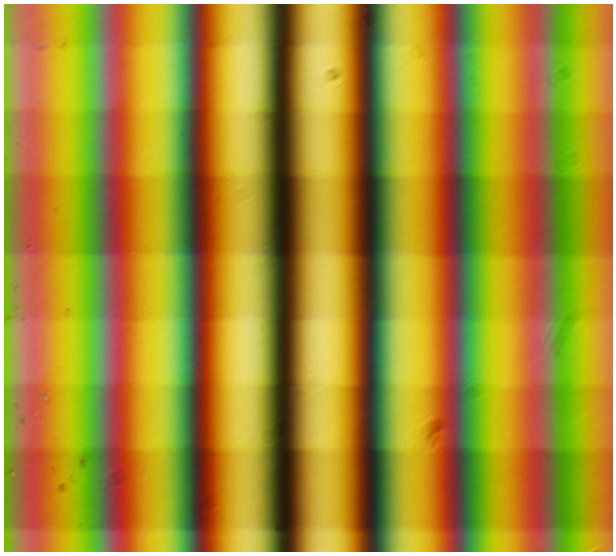
U tablici 6.1 prikazane su izmjerene vrijednosti dubina brazdi. Iskazane vrijednosti aritmetičkih sredina i procijenjenih standardnih odstupanja ostvarene su na temelju 30 ponovljenih mjerenja.

Tablica 6.1 Rezultati mjerenja dubina brazdi

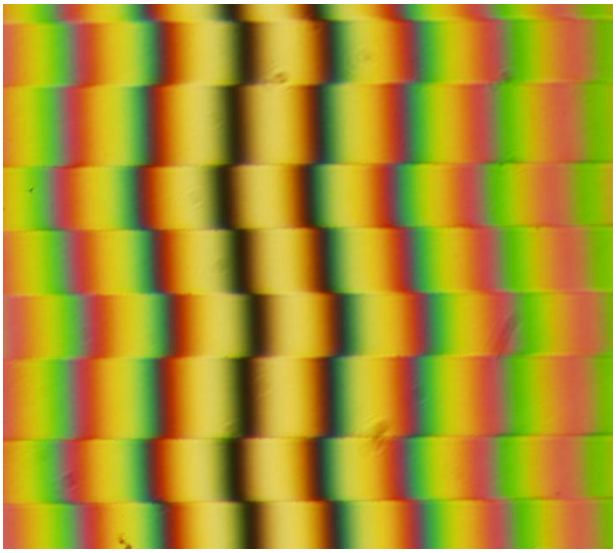
Nazivna dubina brazde *d* nm	Dubina brazde na Si/SiO_2 nm		Dubina brazde na Cr nm	
	d	*s*	*d*	*s*
200	194,6	4,4	194,0	4,2
800	842,2	4,7	840,9	8,2

Izmjereni rezultati potvrđuju da su zadržane vrijednosti dubina brazdi i nakon prevlačenja etalona slojem kroma debljine 100 nm.

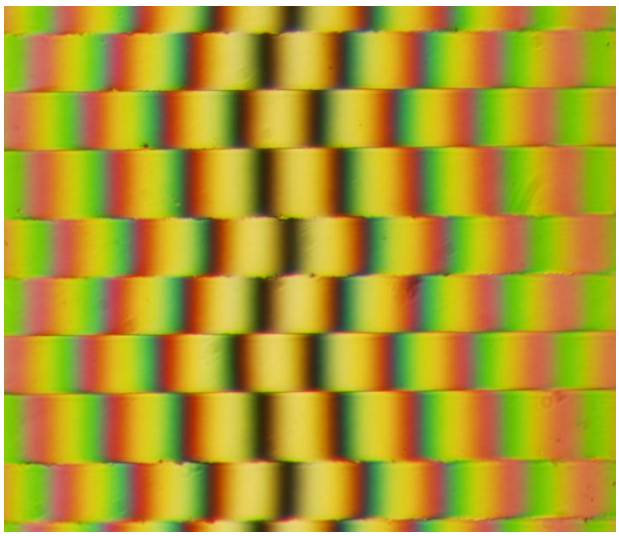
Na interferometrijskom mikroskopu *Epival-Interphako* snimljeni su interferogrami mjernih površina sa i bez prevlake kroma (slike od 6.18 do 6.23).



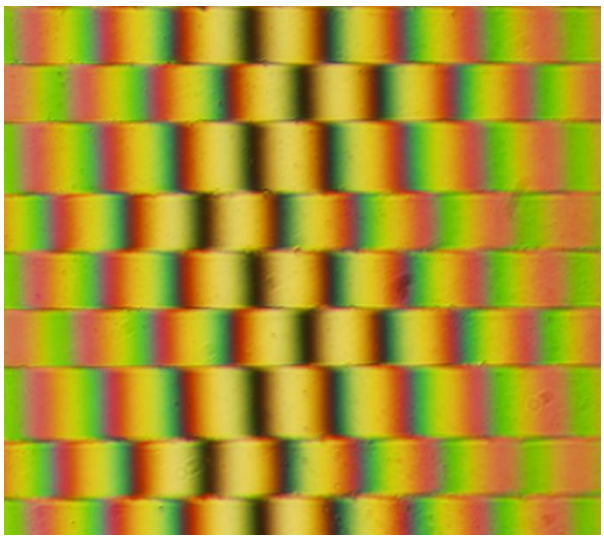
Slika 6.18 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm. Interferogram primarne strukture Si/SiO_2



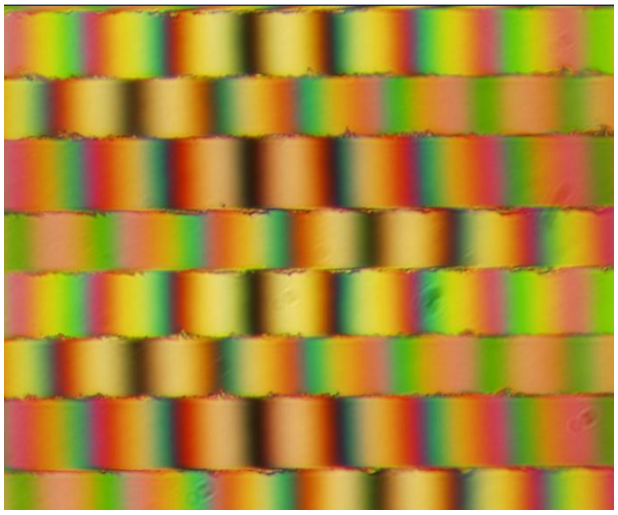
Slika 6.19 Etalon nazivne dubine brazde 50 nm. Interferogram na površini prevučenoj kromom



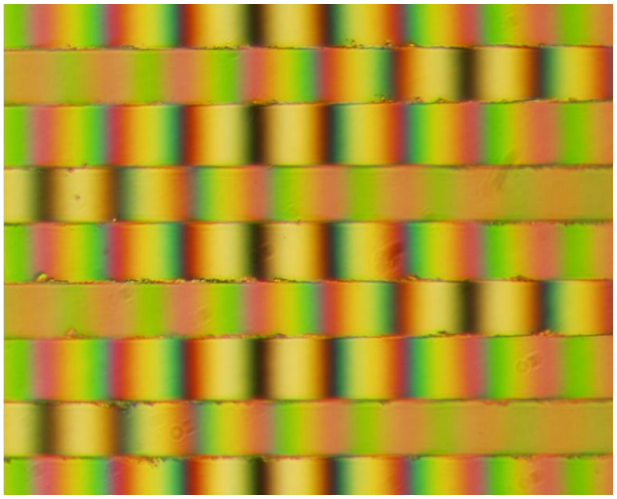
Slika 6.20 Etalon nazivne dubine brazde 200 nm. Interferogram primarne strukture Si/SiO_2



Slika 6.21 Etalon nazivne dubine brazde 200 nm. Interferogram na površini prevučenoj kromom

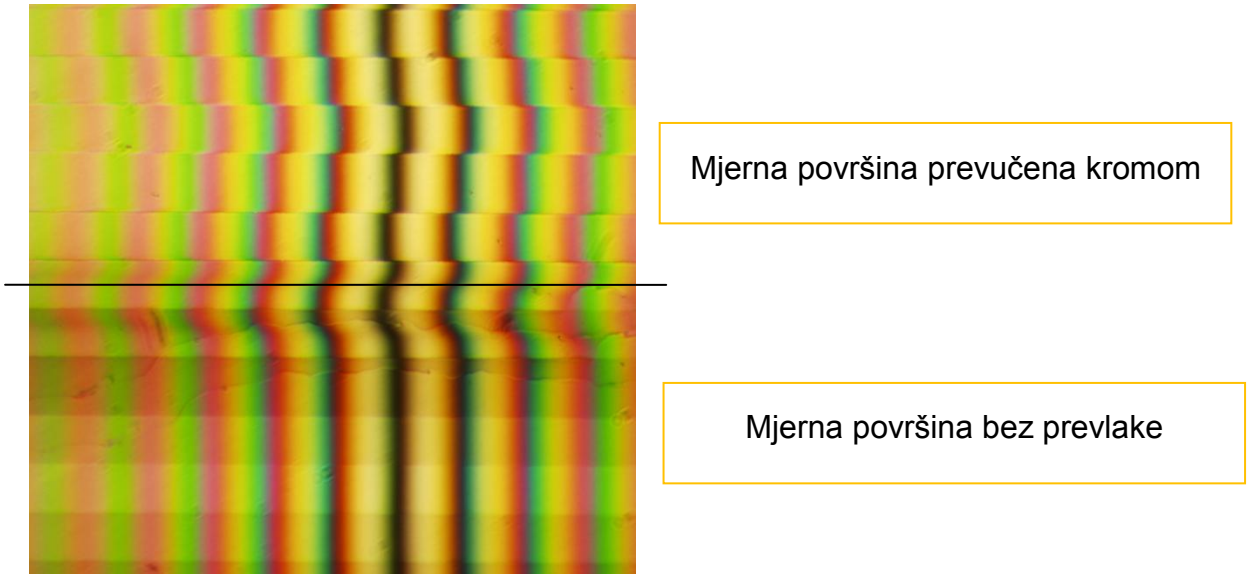


Slika 6.22 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm. Interferogram primarne strukture Si/SiO_2



Slika 6.23 Etalon nazivne dubine brazde 800 nm. Interferogram na površini prevučenoj kromom

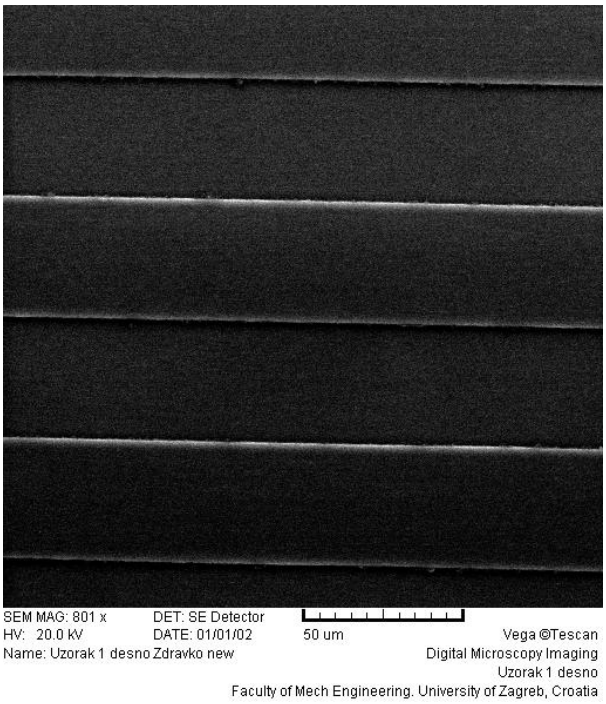
Geometrija pruga interferencije, a koja je ostvarena na površinama prevučenim kromom, potvrđuje da je zadržana planparalelnost i ravnost mjernih površina. Na interferogramu na slici 6.24 prikazan je prijelaz površine sa i bez prevlake kroma na etalonu debljine SiO_2 sloja od 50 nm. Na površini bez prevlake ne dolazi do pomaka pruga interferencije u brazdi i njezinoj okolini. Teorijski, promatrajući pojavu interferencije, dubinu brazde moguće je tom metodom izmjeriti i na transparentnom sloju SiO_2. No ispitivanja su pokazala da se pojavljuje problem disperzije svjetla. Stoga, kako bi se olakšala provedba interferencijskih mjerenja dubine brazde, a ujedno i povećala točnost mjerenja, poželjno je prevući etalon slojem tanke prevlake odgovarajućih svojstava.



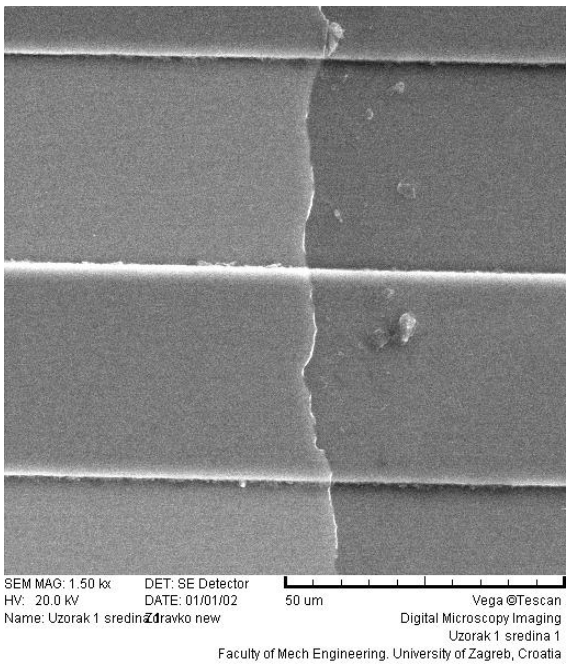
Slika 6.24 Interferogram etalona nazivne dubine brazde 50 nm

Kako su interferogrami snimljeni uz povećanje od 50 puta, provedena je i kvalitativna analiza stanja mjernih površina nakon prevlačenja koristeći elektronski mikroskop.

Na slikama 6.25 i 6.26 prikazane su površine sa slijedom brazdi etalona nazivne dubine 800 nm nakon prevlačenja kromom. Slike potvrđuju da na razini povećanja od 800 puta (slika 6.25), odnosno 1500 puta (slika 6.26) nisu uočena odstupanja od ujednačenosti ili pojava grubih grešaka na samoj površini.



Slika 6.25 Površina prevučena kromom na etalonu nazivne dubine 800 nm



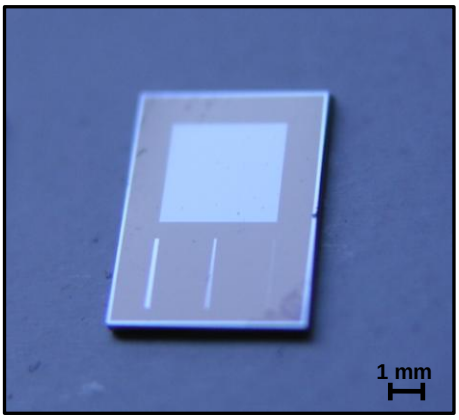
Slika 6.26 Prijelaz između površina sa i bez prevlake kroma na etalonu nazivne dubine 800 nm

7 ISPITIVANJE ZNAČAJKI NOVOG REFERENTNOG ETALONA HRAPAVOSTI

LFSB je izradu nove garniture etalona povjerio tvrtki *MikroMasch Trading OU* (u daljnjem tekstu *MicroMasch*), koja je bila u mogućnosti izraditi strukturu upravo onakvu kako je ona definirana u poglavljima od 6.1 do 6.3.

Tvrtka *MikroMasch* je predložila da se cijela površina etalona prevuče tankim slojem silicijevog nitrida. Uloga prevlake silicijevog nitrida je da spriječi prirodnu oksidaciju silicija u brazdi, a koja bi narušila planiranu geometriju mjernih struktura.

Ukupno je naručeno i izrađeno 20 etalona s dubinom brazde 20 nm i isto toliko s dubinom brazde 50 nm (slika 7.1).



Slika 7.1 Novi etalon

Izrađena struktura novih etalona u siliciju, odnosno silicijevom-dioksidu, nije pogodna za primjenu interferencijske metode mjerenja, kao i mikroskopije tunelirajućim strujama. Stoga je etalone potrebno prevući odgovarajućom tankom prevlakom koja će omogućiti provedbu tih mjerenja. Kako je to raspravljeno u poglavlju 6.4, materijal koji ima odgovarajuća svojstva je krom.

S ciljem utvrđivanja značajki etalona, prije nanošenja tankog sloja kroma provedena su odgovarajuća mjerenja na etalonima elipsometrom, mikroskopom atomskih sila te elektroničko-mehaničkim uređajem s ticalom.

Nakon nanošenja prevlake kroma na etalonima je ponovno provedeno mjerenje na mikroskopu atomskih sila i elektroničko-mehaničkom uređaju s ticalom.

Provedena su i interferencijska mjerenja dubine brazde te mjerenja na kontaktnom uređaju s ticalom i na mikroskopu s tunelirajućim strujama.

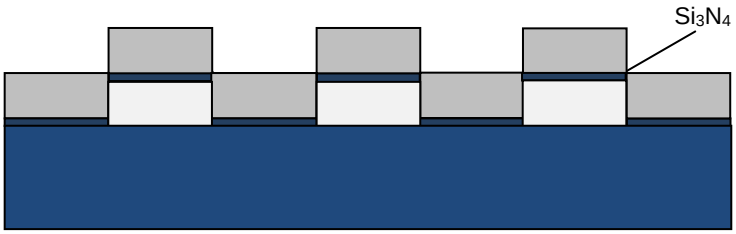
S obzirom na korištenu mjernu metodu, na novim etalonima hrapavosti provedena su mjerenja 2D parametara hrapavosti (*Ra, Rq, Rmax* i *Rz*), 3D parametara hrapavosti (*Sa, Sq* i *Sz*) te mjerenja dubine brazde *d.*
Iako postoji cijeli niz 2D i 3D parametara hrapavosti za potrebe ovog istraživanja odabrani su oni parametri kojima se opisuju srednja aritmetička i srednja kvadratna odstupanja na profilu (*Ra, Rq*) odnosno na površini (*Sa, Sq*). S druge strane, odabrani 2D i 3D parametri (*Rz, Rmax* i *Sz*) upućuju na maksimalna odstupanja visina neravnina na profilu, to jest na mjernoj površini.
Odabrani parametri hrapavosti jesu upravo oni parametri na temelju kojih se izdaju certifikati umjeravanja za etalone hrapavosti.

U nastavku disertacije prikazani su rezultati provedenih ispitivanja značajki novih etalona na gore navedenoj mjernoj opremi.

7.1 Ispitivanje značajki etalona prije nanošenja tankog sloja kroma

7.1.1 Rezultati mjerenja elipsometrom

Kako su etaloni izrađeni tako da debljina SiO_2 sloja odgovara dubini brazde, posredno, koristeći elipsometrijska mjerenja debljine sloja, možemo zaključiti o mjeri dubine brazde. Na slici 7.2 prikazan je presjek dijela mjerne površine etalona sa slijedom brazdi na kojem su prikazani svi slojevi koji čine ukupnu geometriju presjeka etalona.



Slika 7.2 Presjek novog etalona

Na Institutu Ruđer Bošković provedeno je elipsometrijsko mjerenje debljine SiO_2 sloja, kao i mjerenje debljine Si_3N_4 prevlake na tri odabrana etalona koristeći uređaj *V-VASE* (*Vertical Variable Angle Spectroscopic Ellipsometer*), proizvođača *J. A. Woollam Co.* Referentnom etalonu hrapavosti (REH) nazivne dubine brazde 20 nm dodijeljena je oznaka REH 20/1, a etalonima dubine brazdi 50 nm oznake REH 50/1 i REH 50/2.

Mjerenje je provedeno uz variranje valnih duljina svjetlosti i njihovih upadnih kutova na mjernu površinu etalona. Mjerenjem se određuju elipsometrijski kutovi psi i delta. Posredno, računalnom analizom elipsometrijskih kutova određene su vrijednosti debljina SiO_2 i Si_3N_4 slojeva ($\bar{d}$).

U tablici 7.1 prikazani su rezultati mjerenja debljine slojeva silicijevog oksida SiO_2 i silicijevog nitrida Si_3N_4 te procijenjena standardna odstupanja.

Tablica 7.1 Rezultati mjerenja debljine sloja SiO_2 i Si_3N_4 elipsometrom

Oznaka etalona	SiO_2		Si_3N_4	
	$\bar{d}$, nm	*s*, nm	$\bar{d}$, nm	*s*, nm
REH 20/1	21,2	0,4	8,8	0,2
REH 50/1	48,1	0,6	9,3	0,2
REH 50/2	46,4	0,8	9,9	0,4

Ostvareni rezultati mjerenja potvrđuju očekivane debljine slojeva silicijevog dioksida SiO_2 i silicijevog nitrida Si_3N_4 dok vrijednosti procijenjenih standardnih odstupanja govore u prilog ujednačenosti mjerenih debljina slojeva.

7.1.2 Rezultati mjerenja mikroskopom atomskih sila (AFM)

Na istim etalonima oznaka REH 20/1 i REH 50/1 u Institutu Ruđer Bošković je provedeno mjerenje dubina brazdi *d* na mjernoj površini sa slijedom pravokutnih brazdi. Mjerenja su provedena na mikroskopu atomskih sila *NanoScope MultiMode*, proizvođača *Veeco Instruments.* Na svakom etalonu snimljeno je devet tragova, preko šest koraka slijeda brazdi, što odgovara tragu duljine 48 μm.

U tablici 7.2 prikazane su aritmetičke sredine i procijenjena standardna odstupanja rezultata mjerenja dubina brazdi.

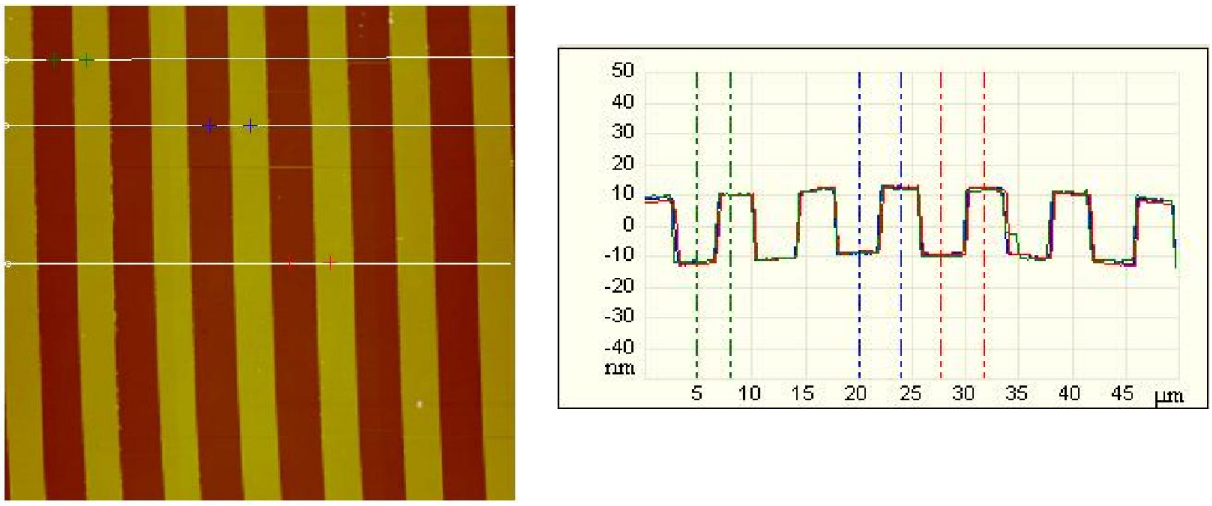
Tablica 7.2 Rezultati mjerenja dubina brazdi novih etalona AFM-om

Oznaka etalona	$\bar{d}$, nm	s, nm
REH 20/1	20,4	0,1
REH 50/1	49,5	0,3

Rezultati mjerenja prikazani u tablici 7.2 potvrdili su očekivane vrijednosti mjera dubina brazdi. Mala rasipanja potvrđuju ujednačenost vertikalnih komponenti mjernih površina sa slijedom brazdi.

Na slikama 7.3 a i 7.4 a prikazani su 2D prikazi dijela mjernih površina sa slijedom brazdi etalona nazivnih dubina brazdi 20 nm i 50 nm.

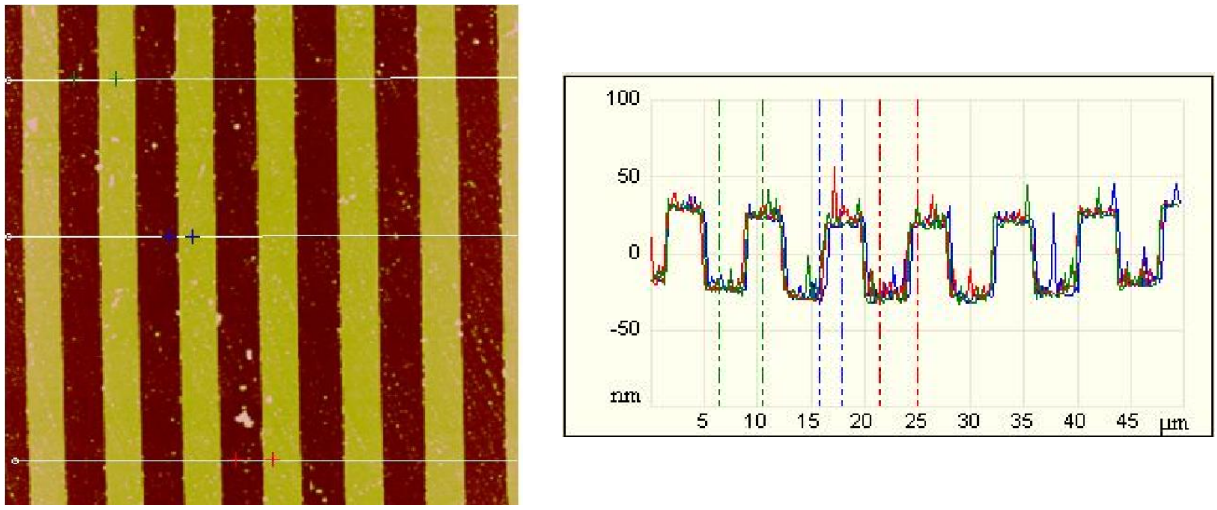
Slike 7.3 b i 7.4 b prikazuju tri profila čiji su tragovi na 2D prikazu naznačeni križićima u tri boje. Uočena je iznimna ujednačenosti profila, kako njezinih uzdužnih tako i vertikalnih komponenti.



a) b)

Slika 7.3 a) 2D prikaz etalona oznake REH 20/1 snimljenog AFM-om
b) Profili na snimljenom etalonu

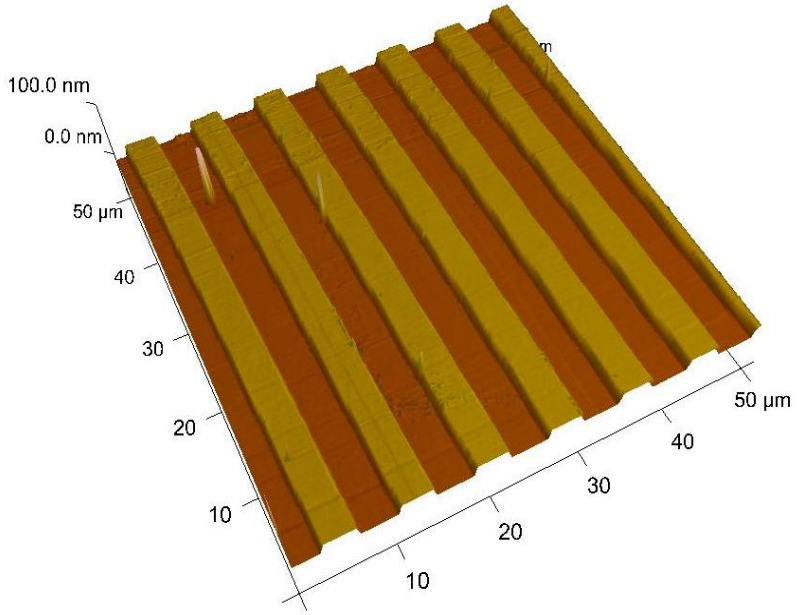
Sitne bijele nakupine na 2D prikazu na slici 7.4 a posljedica su nečistoća na mjernoj površini etalona.



a) b)

Slika 7.4 a) 2D prikaz etalona oznake REH 50/1 snimljenog AFM-om
b) Profili na snimljenom etalonu

Na slici 7.5 prikazan je 3D prikaz novog etalona (nazivna dubina brazde 20 nm). Snimljeni dio mjerne površine veličine je 50 µm x 50 µm. Prikazana površina još jednom potvrđuje izuzetnu ujednačenost mjernih struktura novog etalona.



Slika 7.5 3D prikaz novog etalona nazivne dubine brazde 20 nm

Na etalonima oznaka REH 20/1 i REH 50/1 provedena su i mjerenja 3D parametara hrapavosti. Parametri su mjereni na trima površinama veličina 50 µm x 50 µm. U tablici 7.3 prikazane su izmjerene vrijednosti 3D parametara hrapavosti *Sa, Sq* i *Sz* za oba mjerena etalona.

Tablica 7.3 3D parametri hrapavosti na etalonima prije kromiranja

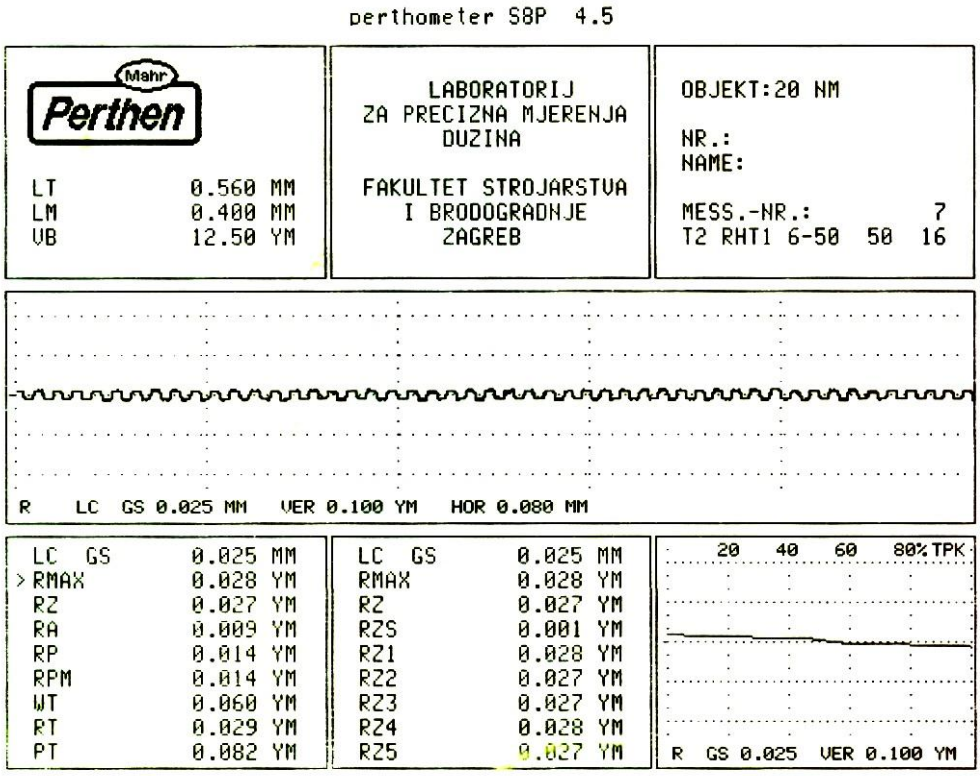
3D parametri hrapavosti	Etalon oznake REH 20/1			Etalon oznake REH 50/1		
	Površina 1	Površina 2	Površina 3	Površina 1	Površina 2	Površina 3
Sa, nm	10,0	9,8	9,8	23,3	24,5	24,9
Sq, nm	10,2	10,1	10,1	24,0	24,9	25,1
Sz, nm	73,2	120,0	201,5	265,6	172,4	188,4

Utvrđeno je dobro slaganje rezultata 3D parametara hrapavosti *Sa* i *Sq* između mjernih površina. Ostvareni rezultati parametara *Sa* i *Sq* potvrda su iznimnoj ujednačenosti mjernih struktura. Kako se radi o parametrima koji opisuju srednje aritmetičko odstupanje površine (*Sa*) i srednje kvadratno odstupanje površine (*Sq*), utjecaj eventualnih ekstrema na površini, primjerice u vidu nečistoća, neće značajno utjecati na mjerni rezultat. S druge strane parametar *Sz* definiran je kao najveća visina površine te utjecaj bilo kakove nečistoće bitno utječe na ostvarenu vrijednosti parametra *Sz*. Taj je utjecaj posebice značajan jer se radi o mjernim strukturama s dubinama od 20 nm i 50 nm, tako da eventualne nečistoće znatno doprinose povećanju izmjerenih vrijednosti parametra *Sz.*

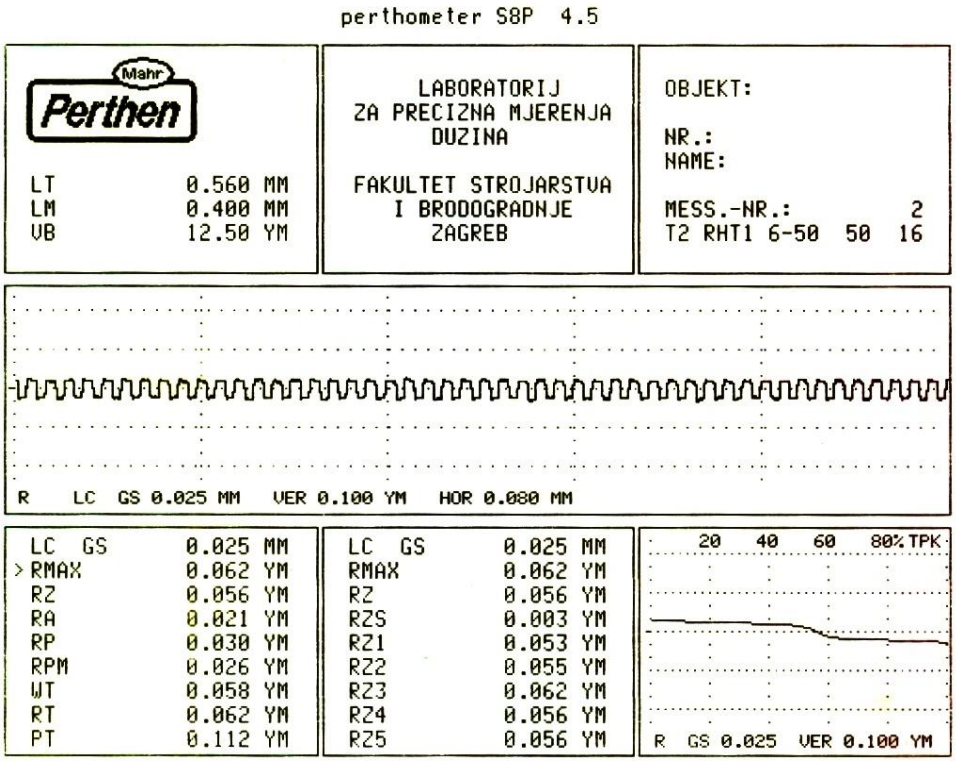
7.1.3 Rezultati mjerenja elektroničko-mehaničkim uređajem s ticalom

Kontaktna mjerenja etalona oznaka REH 20/1 i REH 50/1 provedena su na elektroničko-mehaničkom uređaju s ticalom *Perthometer S8P* koristeći ticalo radijusa r = 2 µm, Gaussov filtar, *cut-off* λ_c = 0,025 mm te mjernu silu u iznosu 1,3 mN. Na svakom etalonu provedeno je mjerenje parametara hrapavosti na šest profila.

Profili hrapavosti na slikama 7.6 i 7.7 potvrđuju pravokutnu geometriju slijeda brazdi kod oba etalona. Blaga zakrivljenost kutova profila posljedica je radijusa ticala uređaja kojim se ne mogu registrirati takvi oštri prijelazi na profilu. No kod oba etalona uočena je dobra ujednačenost geometrije profila na svim snimljenim tragovima, koja je rezultirala i vrlo malim procijenjenim standardnim odstupanjima rezultata mjerenih parametara hrapavosti.



Slika 7.6 Profil hrapavosti snimljen na etalonu oznake REH 20/1



Slika 7.7 Profil hrapavosti snimljen na etalonu oznake REH 50/1

Statističke veličine ostvarenih rezultata mjerenja parametara hrapavosti i valovitosti profila na etalonima REH 20/1 i REH 50/1 prikazane su u tablicama 7.4 i 7.5. Iskazani rezultati mjereni su na šest tragova profila.

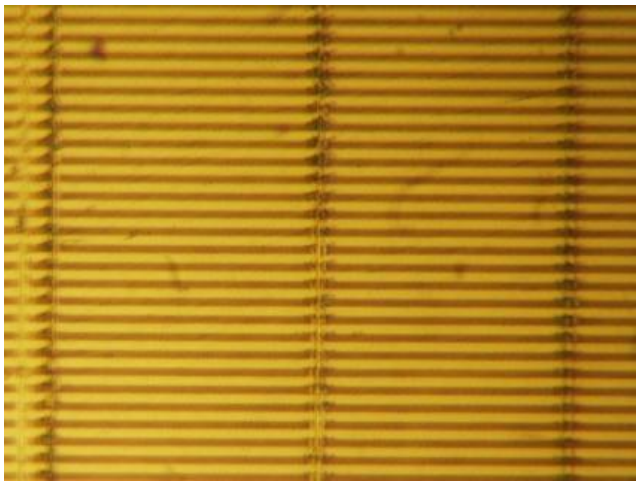
Tablica 7.4 Rezultati mjerenja parametara hrapavosti na etalonu oznake REH 20/1

Parametar hrapavosti	$\overline{x}$	s	R
Ra, nm	10,0	0,8	2,0
Rz, nm	28,0	2,0	5,0
Rmax, nm	31,0	5,0	13,0

Tablica 7.5 Rezultati mjerenja parametara hrapavosti na etalonu oznake REH 50/1

Parametar hrapavosti	$\bar{x}$	s	R
Ra, nm	21,0	0,3	1,0
Rz, nm	59,0	1,0	3,0
Rmax, nm	63,0	2,0	6,0

Nakon provedenih mjerenja elektroničko-mehaničkim uređajem s ticalom, na mjernim površinama oba etalona uočena su mehanička oštećenja. Na slici 7.8 prikazana su mehanička oštećenja na mjernoj površini etalona REH 50/1 snimljena *Epival-Interphako* mikroskopom. Oštećenja su se nalazila na onim mjestima koja su odgovarala tragovima gdje je ticalo prelazilo preko mjerne površine etalona.



Slika 7.8 Mehaničko oštećenje na mjernoj površini etalona REH 50/1

Uslijed ponavljajućeg prolaza preko istog traga na mjernoj površini nisu uočena odstupanja u rezultatima mjerenja parametara hrapavosti. Nisu uočene niti promjene u geometriji snimljenih profila. Pretpostavlja se da je prilikom prolaza nožice uređaja došlo do mehaničkog oštećenja sloja silicijevog nitrida, dok nožica nije oštetila primarnu Si/SiO_2 strukturu. Dva desetljeća iskustva LFSB-a s mjerenjima postojećih etalona hrapavosti, a koji su izrađeni u Si/SiO_2 strukturi, potvrđuju da je korišteno ticalo prikladno za kontaktna mjerenja na tim materijalima.

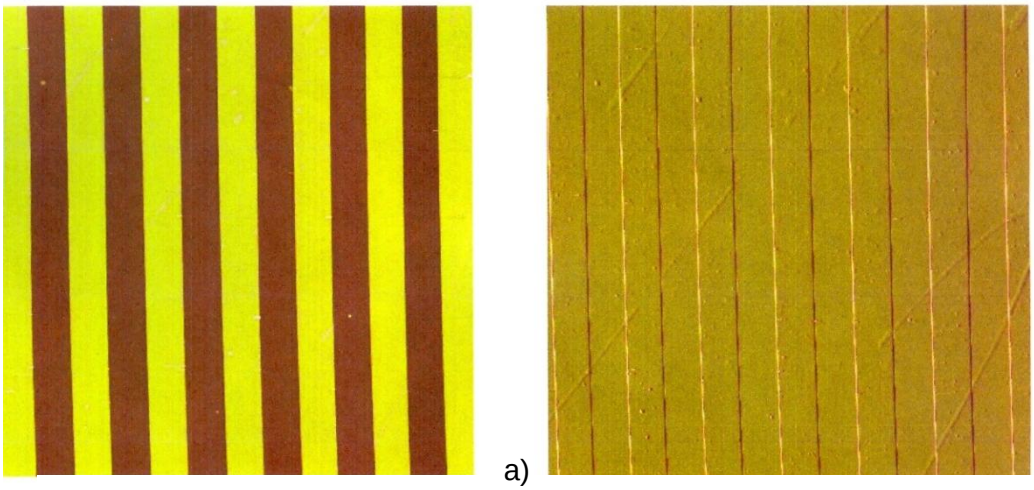
Elipsometrijskim mjerenjima izmjerena debljina Si_3N_4 prevlake etalona oznake REH 20/1 iznosila je 8,8 nm, odnosno 9,3 nm kod etalona REH 50/1. Iako se radi o izuzetno tvrdom materijalu, evidentno je da je odnos prionjivosti i mjerne sile nepovoljan za provedbu kontaktnih mjerenja novih etalona uređajem *Perthometer S8P*.

7.2 Ispitivanje značajki etalona nakon prevlačenja tankim slojem kroma

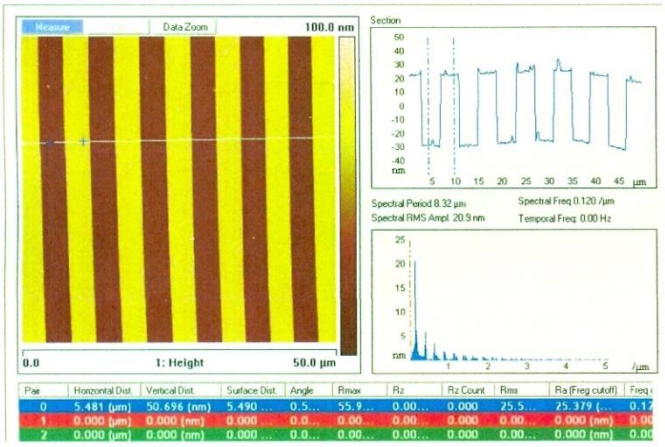
Na odabranim etalonima hrapavosti nanesene su tanke prevlake kroma naparivanjem u visokom vakuumu uz zagrijavanje izvornog materijala snopom elektrona. Prevlačenje je provedeno na ukupno četiri etalona. Od toga dva etalona s nazivnim dubinama brazdi od 20 nm (oznake etalona REH 20/1 i REH 20/2) te dva etalona s dubinama brazdi od 50 nm (oznake etalona REH 50/1 i REH/2). Postupak prevlačenja etalona oznaka REH 20/1 i REH 50/2 odvijao se pri sobnoj temperaturi, a na druga dva etalona s oznakama REH 20/2 i REH 50/2 pri temperaturi od 220 ^{o}C. Parametri postupka naparivanja odabrani su tako da ostvarene debljine prevlaka kroma u oba postupka iznose približno 50 nm.

7.2.1 Rezultati mjerenja mikroskopom atomskih sila (AFM)

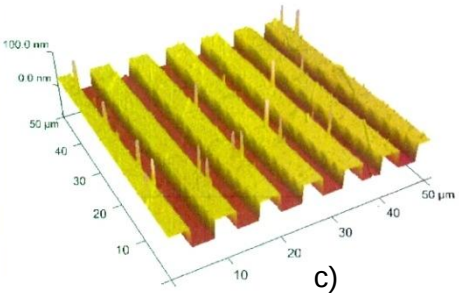
Nakon što su etaloni prevučeni tankom prevlakom kroma pri sobnoj temperaturi, još jednom je provedeno mjerenje dubine brazde d na mjernoj površini sa slijedom pravokutnih brazdi na dva etalona oznaka REH 20/1 i REH 50/1. Na etalonu REH 50/1 utvrđeno je da se nakon prevlačenja zadržala pravokutna geometrija slijeda brazdi (slika 7.9). Na šest profila snimljenih preko šest koraka brazdi izmjerena je vrijednosti dubine brazde u iznosu d = 50,7 nm, s = 0,4 nm.



a)



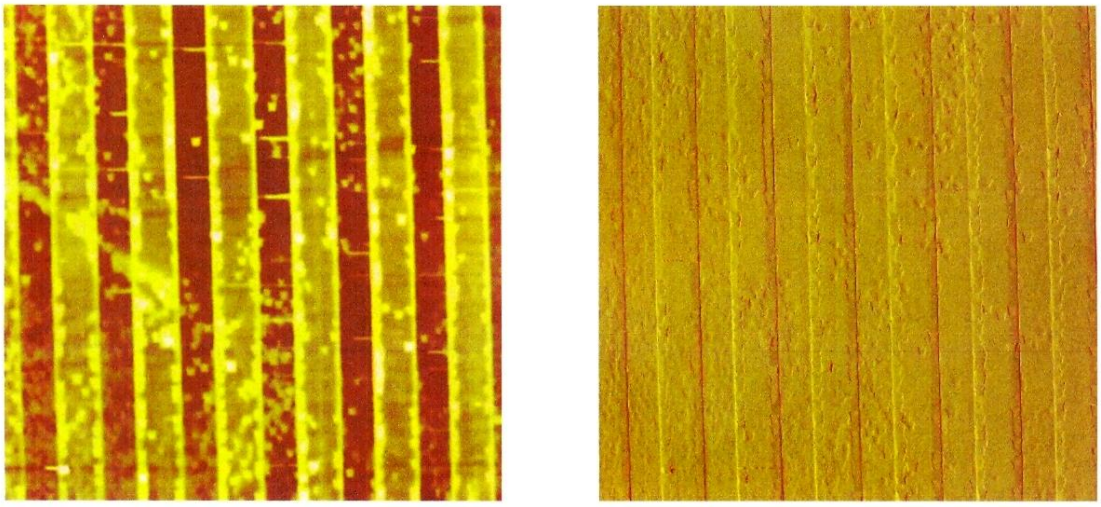
b)



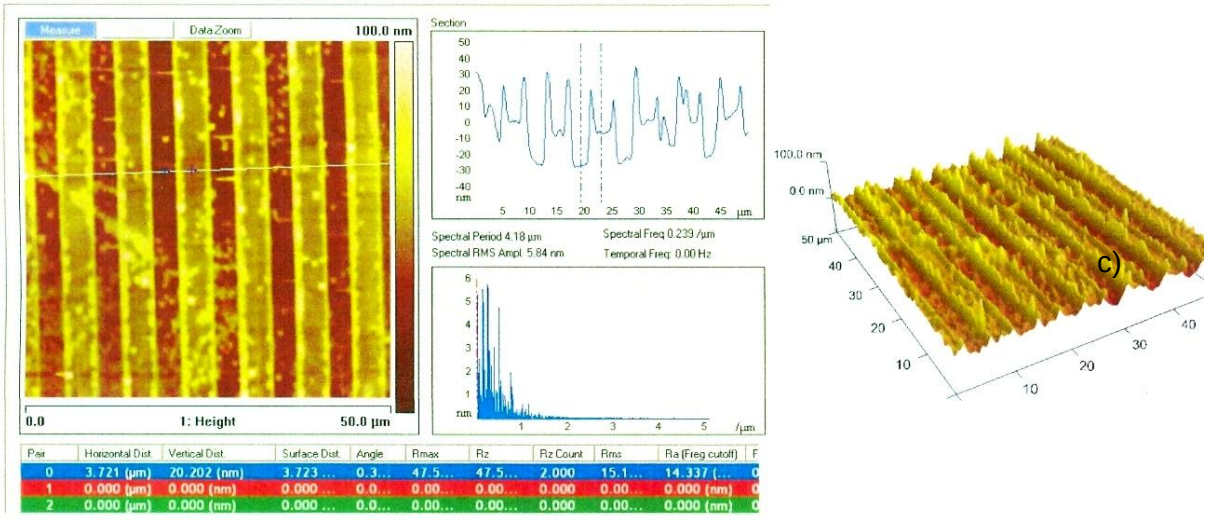
c)

Slika 7.9 a) 2D prikaz etalona oznake REH 50/1 snimljenog AFM-om nakon prevlačenja
b) Profili na snimljenom etalonu
c) 3D prikaz etalona

Prilikom prevlačenja etalona REH 20/1 došlo je do kontaminacije dijela mjerne površine etalona. Ticalom AFM-a upravo je skeniran dio površine etalona koji je bio onečišćen (slika 7.10).



a)



b)

Slika 7.10 a) 2D prikaz etalona oznake REH 20/1 snimljenog AFM-om nakon prevlačenja
b) Profili na snimljenom etalonu
c) 3D prikaz etalona

Kako kod etalona oznake REH 20/1 skenirane površine imaju izuzetno narušenu strukturu na istima nije provedeno mjerenje 3D parametara hrapavosti. Mjerenje parametara *Sa* i *Sq* provedeno je na etalonu oznake REH 50/1. Mjerenja su ostvarena na trima površinama veličina 50 µm x 50 µm. U tablici 7.6 prikazane su izmjerene vrijednosti 3D parametara hrapavosti *Sa* i *Sq*.

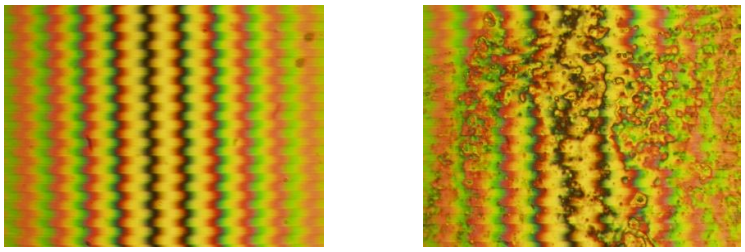
Tablica 7.6 3D parametri hrapavosti na etalonu REH 50/1 nakon kromiranja

3D parametri hrapavosti	Etalon oznake REH 50/1		
	Površina 1	Površina 2	Površina 3
Sa, nm	24,9	22,9	22,9
Sq, nm	25,7	23,2	23,5
Sz, nm	195,8	70,5	199,3

Izmjereni parametri *Sa* i *Sq* govore u prilog ujednačenosti mjernih površina nakon nanošenja tanke prevlake kroma. Ostvareni rezultati potvrđuju da se razina uniformnosti mjernih površina prije kromiranja zadržala i nakon što je sloj kroma nanesen na površinu etalona. Tumačenje velikog raspona rezultata parametra *Sz* dano je u poglavlju 7.1.2. kod komentara rezultata iz tablice 7.3.
Interferencijska mjerenja, opisana u nastavku disertacije, potvrdila su da se kod etalona dubine brazde 20 nm radilo o lokalnoj kontaminaciji mjerne površine, a ne o nemogućnosti nanošenja ujednačenog sloja kroma naparivanjem.

7.2.2 Rezultati mjerenja interferencijskim mikroskopom

Nakon mjerenja etalona REH 20/1 i REH 50/1 na mikroskopu atomskih sila provedena su apsolutna mjerenja dubine brazde koristeći interferencijski mikroskop *Epival-Interphako*. Mikroskop ima mogućnost korištenja halogene lampe i lasera kao izvora svjetlosti. Halogenu lampu koristimo kako bi odrediti cijeli broj pruga interferencije, a potom interferograme dobivene korištenjem laserskog izvora svjetlosti analiziramo kako bi utvrdili dio cijele pruge interferencije.
Interferogrami na etalonu oznake REH 20/1 dobiveni korištenjem halogene lampe kao izvor svjetlosti otkrili su da su dijelovi mjernih površina sa slijedom brazdi pravilnih pruga interferencije i bez vidljivih oštećenja i odstupanja na površini etalona uz povećanje 50 puta (slika 7.11 a). No, na dijelovima mjernih površina utvrđena su oštećenja kako je to vidljivo na slici 7.11 b.



a) b)

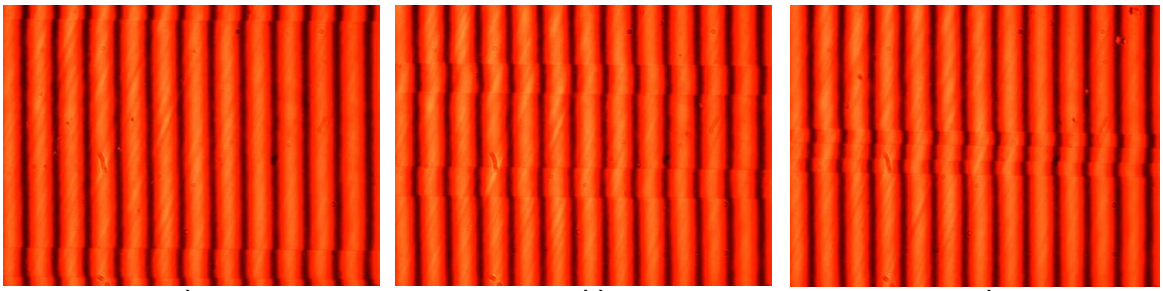
Slika 7.11 a) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1 (mjerna površina bez oštećenja)
b) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1 (mjerna površina s oštećenjem)

Nadalje, na sve tri široke brazde etalona oznake REH 20/1 nisu uočena oštećenja te je provedena analiza mjerenja dubine brazdi na interferogramima poput onih na slici 7.12. Analiza interferograma obuhvaćala je deset pruga interferencija u brazdi i deset pruga u okolini brazde. Ostvarene vrijednosti dubina brazdi prikazane u tablici 7.7 upućuju na dobro slaganje rezultata i govore u prilog ujednačenosti nanesenog sloja kroma.

Tablica 7.7 Rezultati interferencijskih mjerenja dubine brazde na etalonu REH 20/1

W = 100 µm		W = 40 µm		W = 5 µm	
$\bar{d}$, nm	s, nm	$\bar{d}$, nm	s, nm	$\bar{d}$, nm	s, nm
20,5	0,8	20,2	0,7	19,7	0,7

Prikazani interferogrami na slici 7.12 dobiveni su korištenjem jodno stabiliziranog He-Ne laser kao izvora svjetlosti. Dodatno, geometrija pruga interferencija upućuje da nije došlo do narušavanja pravokutne geometrije primarne Si/SiO_2 strukture brazdi.



a) b) c)

Slika 7.12 a) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1- brazda širine 100 μm
b) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1- brazda širine 40 μm
c) Interferogram na etalonu oznake REH 20/1- brazda širine 5 μm

Analizom stanja mjernih površina etalona REH 50/1, koristeći interferometrijski mikroskop, nisu utvrđena oštećenja mjernih površina.

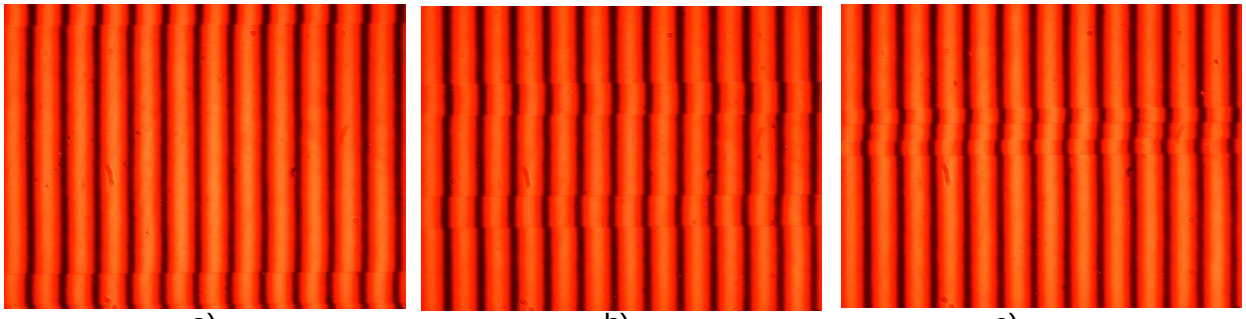
Provedena interferencijska mjerenja na širokim brazdama etalona oznake REH 50/1 potvrdila su dobro slaganje ostvarenih rezultata mjerenja, kako je to prikazano u tablici 7.8. I u slučaju etalona oznake REH 50/1 analiza interferograma provedena je na deset pruga interferencija u brazdi i deset pruga u okolini brazde.

Tablica 7.8 Rezultati interferencijskih mjerenja dubine brazde na etalonu REH 50/1

W = 100 μm		W = 40 μm		W = 5 μm	
$\bar{d}$, nm	s, nm	$\bar{d}$, nm	s, nm	$\bar{d}$, nm	s, nm
48,6	0,5	49,4	0,3	48,8	0,1

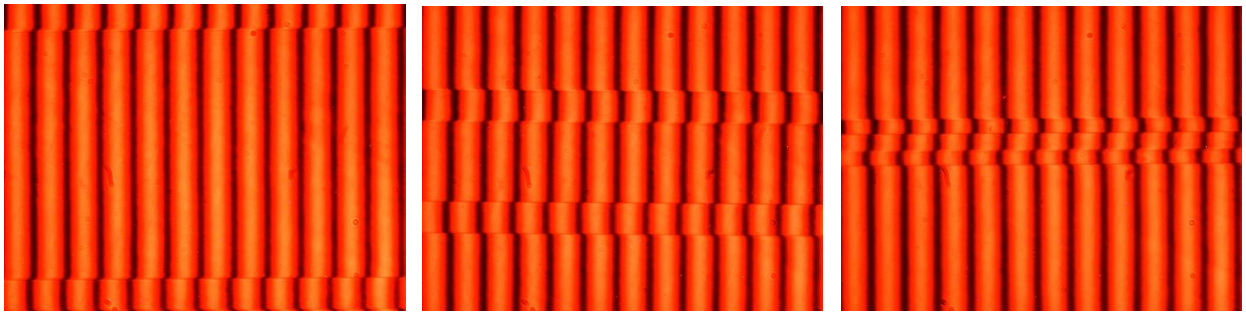
Iako su analize interferograma pokazale dobro slaganje ostvarenih rezultata mjerenja dubina brazdi na etalonima oznaka REH 20/1 i REH 50/1, zbog utvrđenih oštećenja dijela mjerne površine etalona REH 20/ i činjenice da je kod tih etalona krom nanesen pri sobnoj temperaturi, razlozi su da se još jednom provede prevlačenje etalona kromom. Odabrana su dva nova uzorka te su im dodijeljene oznake REH 20/2 i REH 50/2. Ovaj put naparivanje kroma je provedeno pri temperaturi od 220 °C. “Toplo“ prevlačenje kroma ima za posljedicu veću tvrdoću tanke prevlake kroma, čineći ju prikladnijom za kontaktna mjerenja gdje se koriste elektroničko-mehanički uređaji s ticalom.

Još jednom su provedena interferencijska mjerenja dubina brazdi, sada na etalonima oznaka REH 20/2 i REH 50/2 analizirajući niz interferograma poput onih sa slika 7.13 i 7.14. Interferencija je ostvarena korištenjem jodno stabiliziranog He-Ne lasera kao izvor svjetlosti. Analiza interferograma provedena je na deset pruga interferencija u brazdi i deset pruga u okolini brazde.



a) b) c)

Slika 7.13 a) Interferogram na etalonu oznake REH 20/2 - brazda širine 100 μm
b) Interferogram na etalonu oznake REH 20/2 - brazda širine 40 μm
c) Interferogram na etalonu oznake REH 20/2 - brazda širine 5 μm



a) b) c)

Slika 7.14 a) Interferogram na etalonu oznake REH 50/2 - brazda širine 100 μm
b) Interferogram na etalonu oznake REH 50/2 - brazda širine 40 μm
c) Interferogram na etalonu oznake REH 50/2 - brazda širine 5 μm

U tablici 7.9 prikazani su ostvareni rezultati interferencijskih mjerenja dubina brazdi d na etalonima oznaka REH 20/2 i REH 50/2.

Tablica 7.9 Rezultati interferencijskih mjerenja dubine brazde na etalonima REH 20/2 i REH 50/2

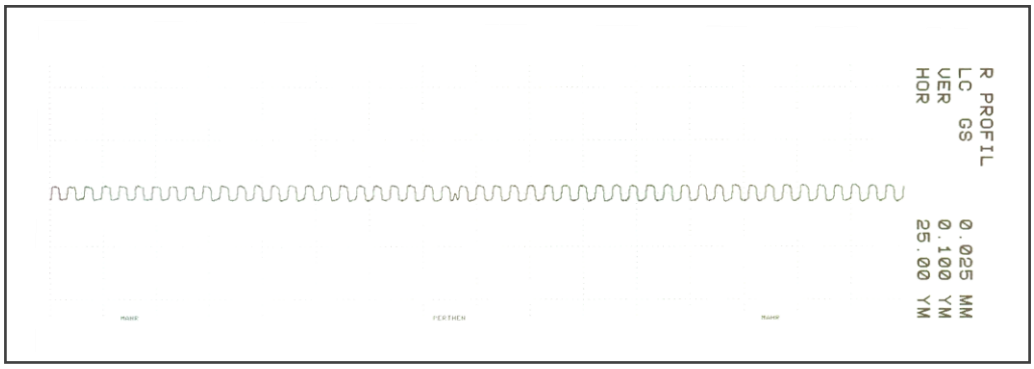
Oznaka etalona	Brazda širine 100 µm		Brazda širine 40 µm		Brazda širine 5 µm	
	$\bar{d}$, nm	s, nm	$\bar{d}$, nm	s, nm	$\bar{d}$, nm	s, nm
REH 20/2	20,3	0,3	19,7	0,1	19,1	0,2
REH 50/2	45,1	0,6	45,4	0,7	44,7	0,4

7.2.3 Rezultati mjerenja elektroničko-mehaničkim uređajem s ticalom

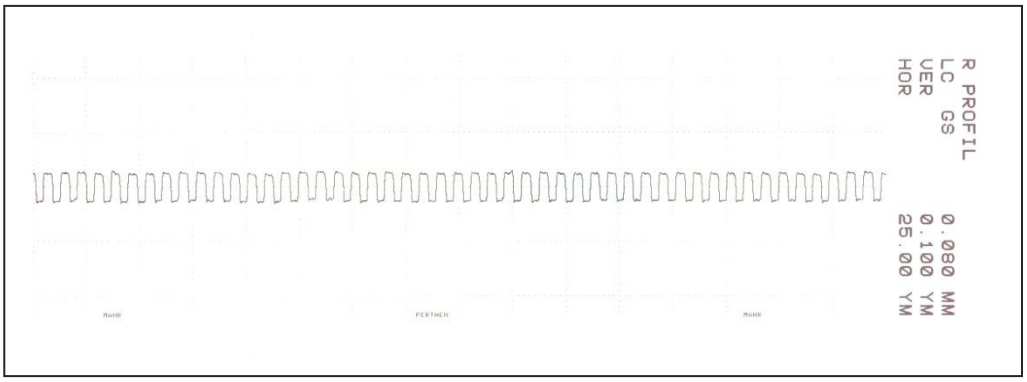
Kontaktna mjerenja provedena su na elektroničko-mehaničkom uređaju s ticalom *Perthometer S8P* uz iste uvjete mjerenja kako je to opisano u poglavlju 7.1.3.

Etaloni oznaka REH 20/1 i REH 50/1 koji su prevučeni kromom naparivanjem na sobnoj temperaturi nisu mjereni kontaktno zbog nedovoljne tvrdoće tankog sloja prevlake kroma.

Međutim, provedena su mjerenja na etalonima oznaka REH 20/2 i REH 50/2 kod kojih je naparivanje sloja kroma provedeno pri temperaturi od 220 ^{o}C. Istraživanje je potvrdilo da kod mjerenih etalona nije došlo do narušavanja primarne Si/SiO_2 geometrije struktura brazdi, kako je to prikazano na snimljenim profilima na slikama 7.15 i 7.16.



Slika 7.15 Profil snimljen na etalonu oznake REH 20/2 (mjerna površina sa slijedom brazdi)



Slika 7.16 Profil snimljen na etalonu oznake REH 50/2
(mjerna površina sa slijedom brazdi)

Izmjerena vrijednost parametra hrapavosti *Ra* u slučaju etalona oznake REH 20/2 iznosila je *Ra* = 11 nm, dok je kod etalona oznake REH 50/2 izmjeren parametar *Ra* iznosio 24 nm. Ostvarene vrijednosti odgovaraju relativnom odnosu vrijednosti parametra *Ra* i dubine brazde u slučaju pravokutnog profila.

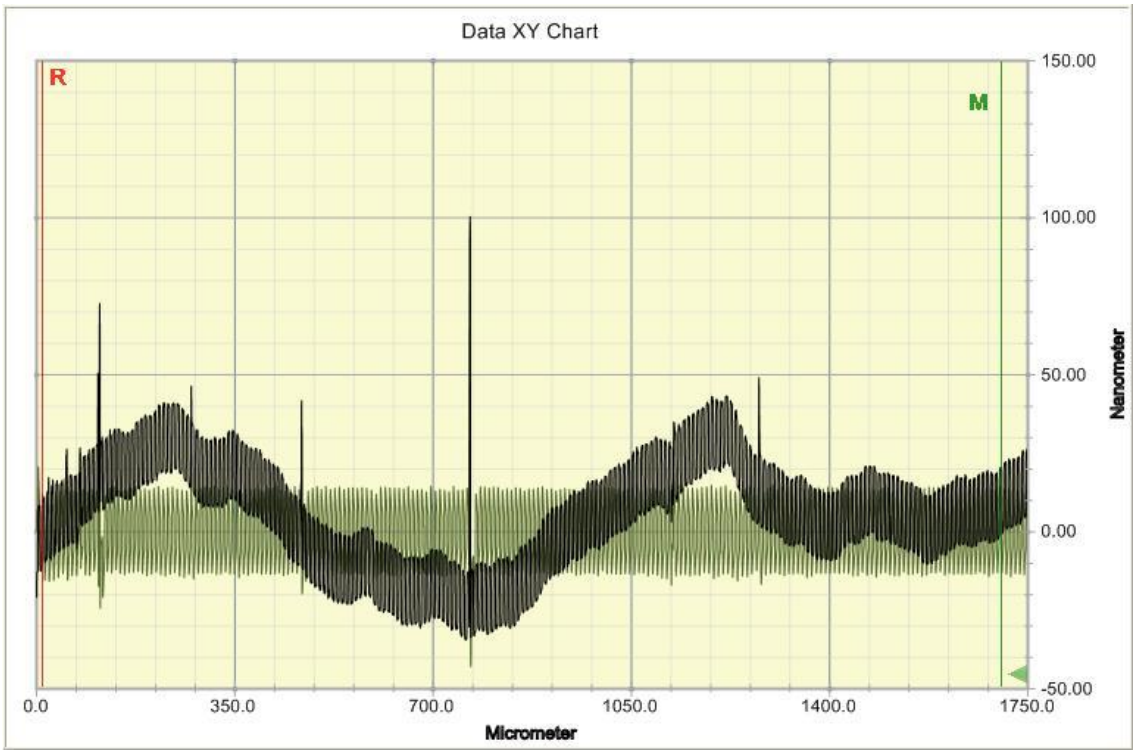
Međutim utvrđeno je da, kao i u slučaju silicijevog nitrida, dolazi do oštećenja površine uslijed prolaza nožice ticala mjernog uređaja. Utvrđena oštećenja su znatno manja nego u slučaju oštećenja kao posljedice prolaza nožice ticala na Si_3N_4 površini.

Kako su planirana mjerenja na mikroskopu s tunelirajućim strujama i dodatna mjerenja na kontaktnom uređaju s ticalom, na etalonima oznaka REH 20/2 i REH 50/2 nisu provođena daljnja opsežna mjerenja na elektroničko-mehaničkom uređaju s ticalom da ne bi došlo do značajnog narušavanja stanja mjernih površina.

7.2.4 Rezultati mjerenja kontaktnim uređajem s ticalom

U Institutu *Joanneum Research* u Austriji provedena su mjerenja korištenjem kontaktnog uređaja s ticalom *Profilometer Dektak 150* proizvođača *Veeco Instruments.* Mjerenja su provedena uporabom ticala radijusa 2,5 μm, te mjernu silu u iznosu 0,02 mN.

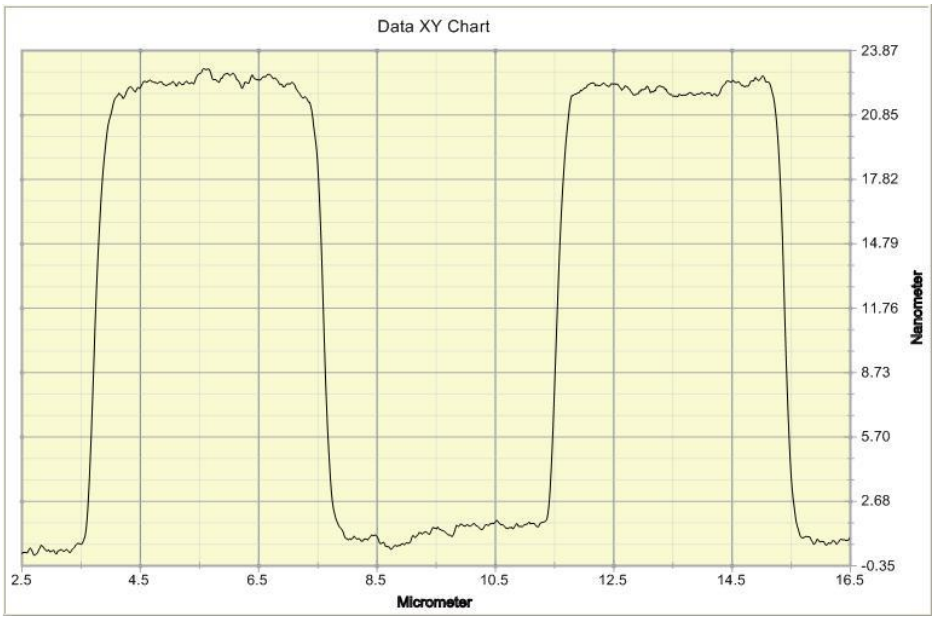
Na slici 7.17 prikazana je mjerna površina slijeda brazdi na etalonu oznake REH 20/2.



Slika 7.17 Profil snimljen na mjernoj površini sa slijedom brazdi etalona oznake REH 20/2

Profil sa slike 7.17 naznačen crnom bojom predstavlja primarni profil. Profil naznačen zelenom bojom je profil hrapavosti. Komponenta hrapavosti izdvojena je s primarnog profila eliminirajući komponentu valovitosti koristeći filtar s graničnom vrijednošću *cut-off* λ_c = 0,025 mm. Primarni profil na slici 7.17 upućuje na izraženu valovitost mjerne površine. No valja naglasiti da se radi o tragu duljine 1,75 mm što predstavlja više nego pola duljine mjerne površine sa slijedom brazdi.

Na slici 7.18 prikazan je segment profila mjerne površine sa slijedom brazdi na etalonu oznake REH 20/2. Profil površine unutar i van brazde pokazuje da odstupanja u smjeru z-osi ne prelaze 1,5 nm.



Slika 7.18 Dio profila snimljen na mjernoj površini etalona oznake REH 20/2

Na etalonu oznake REH 20/2 provedena su mjerenja parametara hrapavosti *Ra, Rq* i *Rz* (tablica 7.10). Parametri su mjereni na tri profila hrapavosti, uz duljinu ocjenjivanja od 1,25 mm.

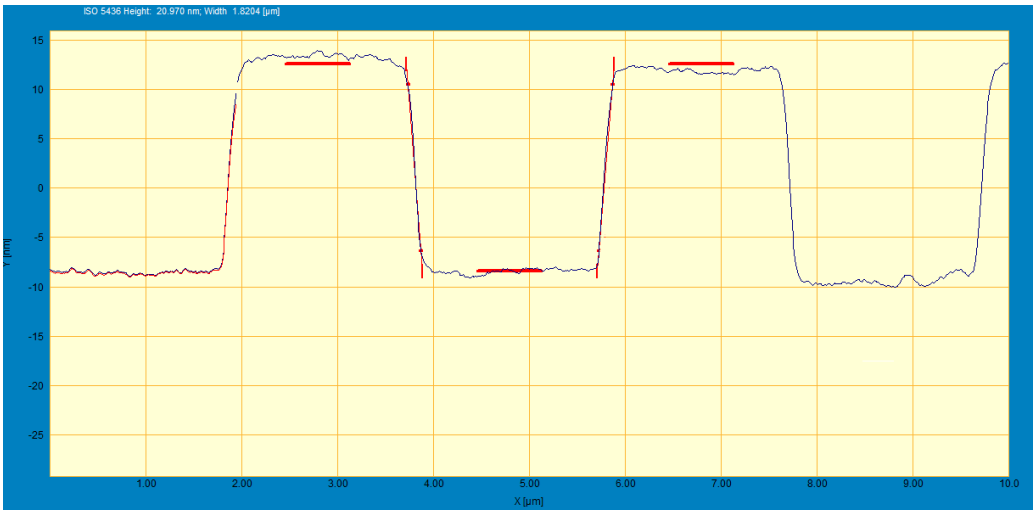
Tablica 7.10 Parametri hrapavosti na etalonu REH 20/2

Parametar hrapavosti	$\overline{x}$	s	R
Ra, nm	9,7	0,1	0,1
Rq, nm	10,2	0,2	0,4
Rz, nm	44,6	21,9	38,5

2D parametri hrapavosti iz tablice 7.10 potvrđuju zaključke koji su se odnosili na 3D parametre iz tablice 7.3. Naime procijenjena standardna odstupanja parametra *Ra* i *Rq* govore u prilog ujednačenosti mjernih struktura.

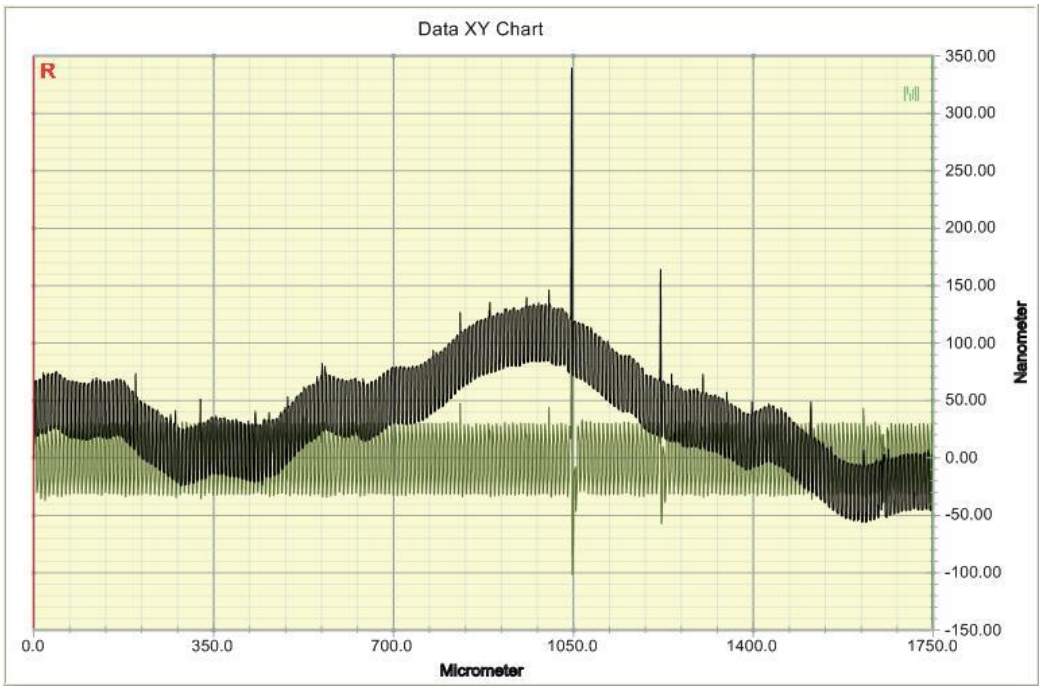
Međutim, rezultati ostvareni kod parametra *Rz* još jednom upućuju na izniman utjecaj ekstrema na mjernim površinama novih etalona.

Da se nakon kromiranja zadržala vrijednost dubine brazde potvrdila su mjerenja provedena u skladu sa ISO 5436-1:2000. Mjerenje dubine brazde d provedeno je na mjernoj površini sa slijednom brazdi (slika 7.19). Na tri profila snimljena preko tri koraka brazdi izmjerena je vrijednosti dubine brazde u iznosu d = 20,9 nm, s = 0,3 nm.



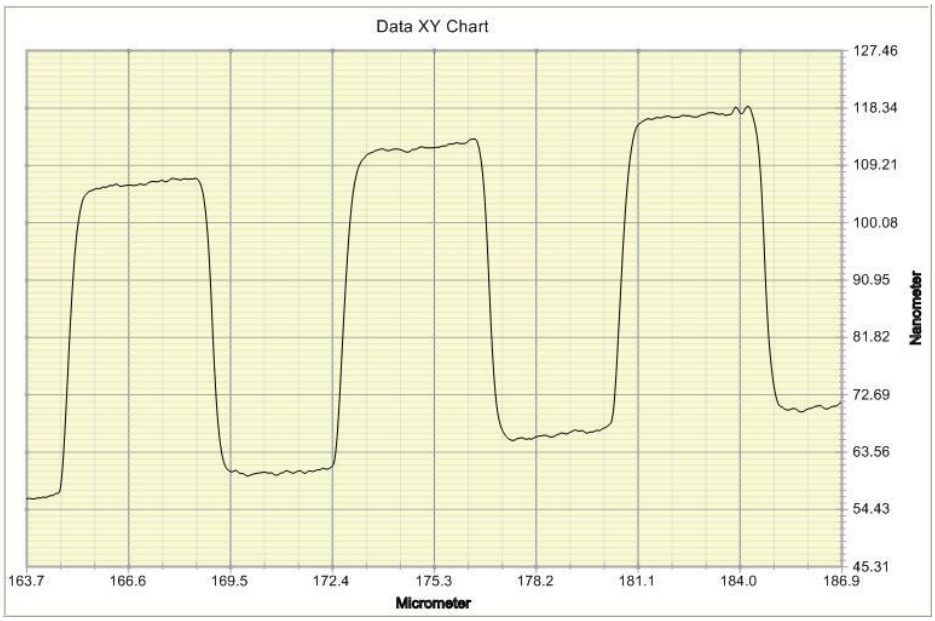
Slika 7.19 Prikaz mjerenja dubine brazde na etalonu oznake REH 20/2

Na slici 7.20 prikazana je mjerna površina slijeda brazdi na etalonu oznake REH 50/2 snimljena s kontaktnim uređajem s ticalom. Kao što je to bio slučaj kod etalona oznake REH 20/2 i kod profila na slici 7.20 uočena je izražena valovitost mjerne površine, uz napomenu da se i ovdje radi o tragu duljine 1,75 mm. Korištena granična vrijednost *cut-off* iznosila je λ_c = 0,025 mm.



Slika 7.20 Profil snimljen na mjernoj površini sa slijedom brazdi etalona oznake REH 50/2

Na slici 7.21 prikazan je segment profila mjerne površine sa slijedom brazdi na etalonu oznake REH 50/2. Utvrđena odstupanja profila površine u smjeru z-osi, u i izvan brazde na razini su odstupanja kao što je to bio slučaj kod etalona oznake REH 20/2.



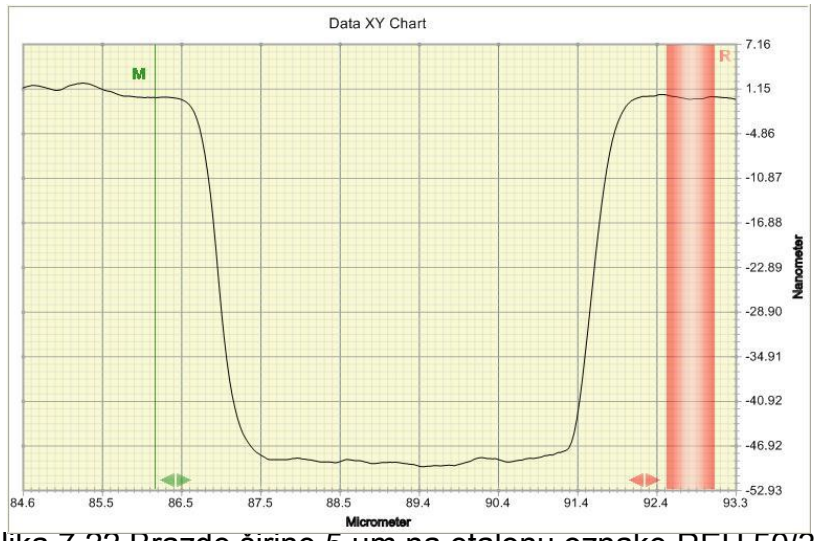
Slika 7.21 Dio profila snimljen na mjernoj površini etalona oznake REH 20/2

Kao što je to bio slučaj s etalonom oznake REH 20/2 i na etalonu REH 50/2 provedena su mjerenja parametara *Ra, Rq* i *Rz* na tri profila hrapavosti uz duljinu ocjenjivanja od 1,25 mm (tablica 7.11). Ostvareni rezultati parametara hrapavosti *Ra* i *Rq* potvrđuju ujednačenost mjernih površina sa slijedom pravokutnih brazdi.

Tablica 7.11 Parametri hrapavosti na etalonu REH 50/2

Parametar hrapavosti	$\overline{x}$	s	R
Ra, nm	23,1	0,1	0,1
Rq, nm	24,9	0,2	0,4
Rz, nm	185,6	2,3	4,7

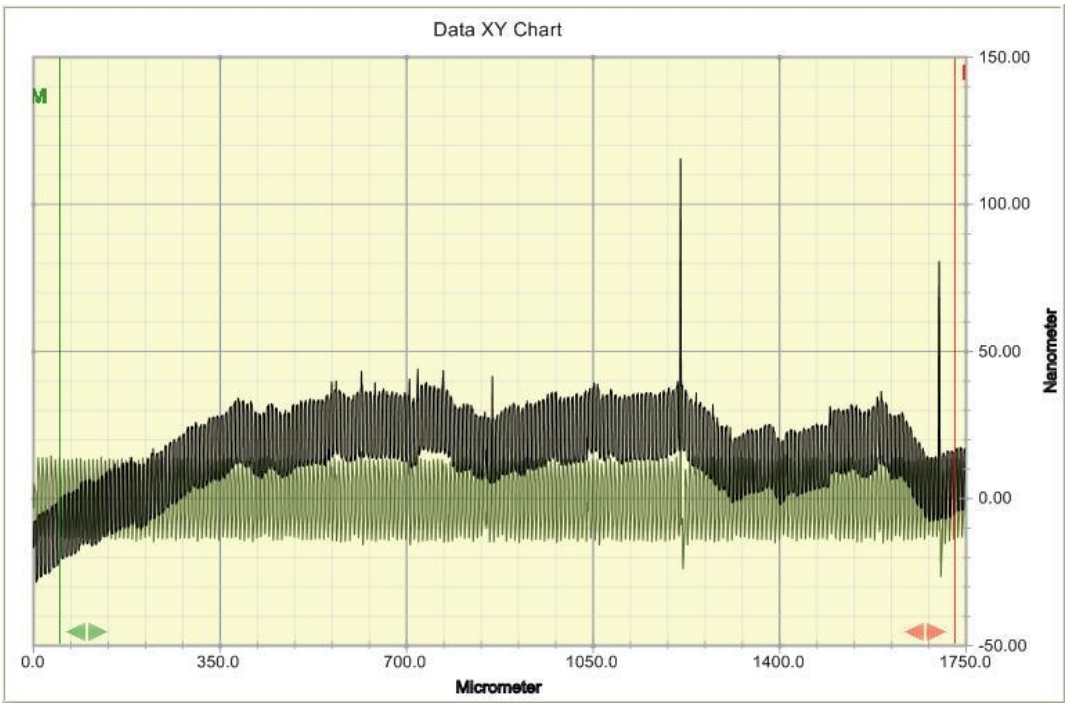
Na slici 7.22 vidljiv je profil najuže od tri široke brazde etalona oznake REH 50/2. Mjerenjem dubine brazde d sukladno ISO 5436-1:2000 utvrđena je vrijednost u iznosu od 46,2 nm uz s = 0,3.



Slika 7.22 Brazde širine 5 µm na etalonu oznake REH 50/2

Kako bi se isključila mogućnost utjecaja nanesene tanke prevlake kroma na utvrđenu valovitost mjernih površina, provedeno je ispitivanje valovitosti profila na etalonu bez prevlake kroma. Na slici 7.23 prikazan je profil etalona koji nije prevučen kromom.

Duljina ispitivanja je, kao i u prethodnim slučajevima, iznosila 1,75 mm, a vrijednost *cut-offa* kojim je izdvojen profil hrapavosti bio je jednak λ_c = 0,025 mm.



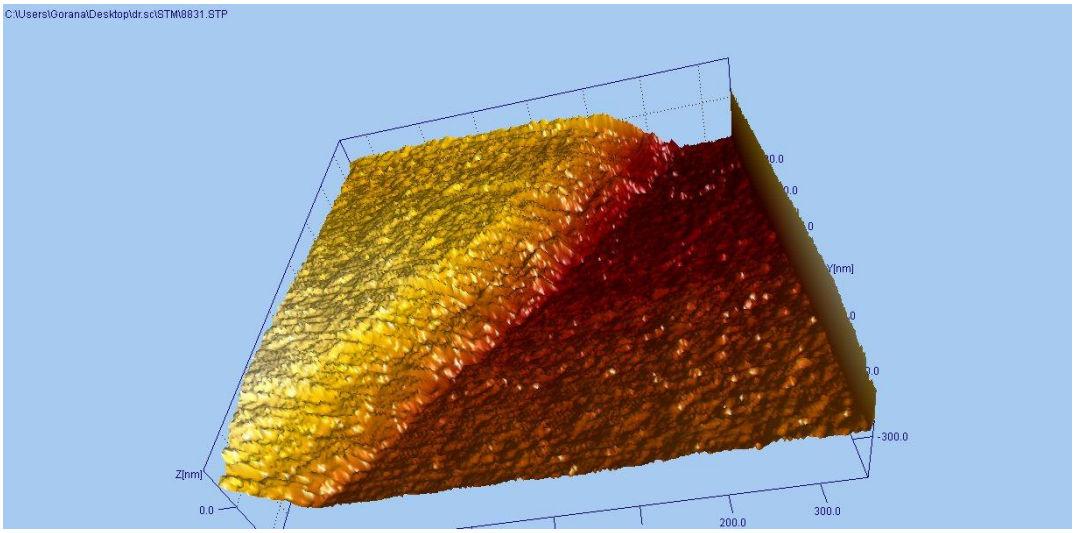
Slika 7.23 Profil snimljen na mjernoj površini etalona bez prevlake kroma

Snimljeni profil ukazuje da utvrđena valovitost mjernih površina nije posljedica nanošenja tanke prevlake kroma. Kada se govori o pojavi valovitosti površina etalona valja svakako u raspravu uključiti i mogući utjecaj vođenja igle ticala mjernog uređaja. Naime, vertikalne komponente mjerenih struktura na razini su od nekoliko desetaka nanometara te na toj razini utjecaj vođenja igle ticala nesumnjivo može u velikoj mjeri utjecati na pojavu valovitosti kao zbirne mjere utjecaja same geometrije etalona i utjecaja vođenja igle ticala.

7.2.5 Rezultati mjerenja mikroskopom tunelirajućih struja (STM)

U Institutu za fiziku (IFS) u Zagrebu provedeno je mjerenje etalona oznake REH 20/2 na mikroskopu s tunelirajućim strujama. STM na kojem je provedeno mjerenje razvijen je u IFS-u prema istraživanjima M. Wilmsa, M. Schmidta, G. Bermesa i K. Wandelta [33].

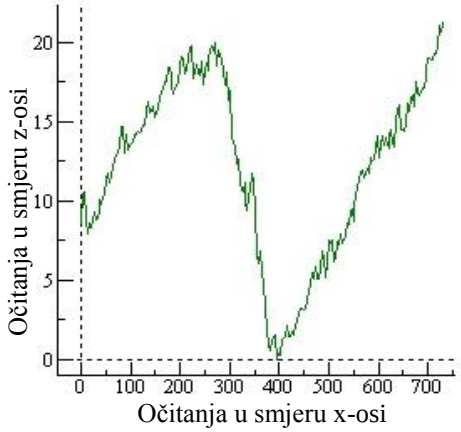
Površine mjerenja bile su veličina 700 nm x 700 nm. Na slici 7.24 prikazan je segment jedne od brazda snimljene STM-om na dijelu površine sa slijedom brazdi.



Slika 7.24 Segment brazde snimljen STM-om

Na tri brazde provedeno je i mjerenje dubine brazde d s profila poput onih na slici 7.25.

Izmjerena je vrijednost dubine brazde u iznosu od d = 19,9 nm, uz procijenjeno standardno odstupanje s = 0,1 nm.



Slika 7.25 Profil brazde snimljen STM-om

Na mjernoj površini sa slijedom brazdi provedeno je mjerenje 3D parametara hrapavosti. Mjerenje je provedeno na dvije površine veličina 700 nm x 700 nm. Kod prve površine (*P-I*) radilo se o segmentu brazde, dok je druga mjerena površina bila površina dna brazde (*P-II*). Ostvareni rezultati mjerenja prikazani su u tablici 7.12.

Tablica 7.12 Rezultati mjerenja 3D parametara na STM-u

Mjerena površina	3D parametar hrapavosti		
	Sa, nm	*Sq*, nm	*Sz*, nm
P-I	9,1	10,4	43,1
P-II	0,7	1,1	11,9

Rezultati mjerenja parametara *Sa* i *Sq* na površini oznake *P-I* potvrđuju dobro slaganje s rezultatima ostvarenim na AFM-u (tablice 7.3 i 7.6). Ostvarena vrijednost parametra *Sz* još jednom upućuje na izniman utjecaj nečistoća na parametar najveće visine površine pri provedbi mjerenja koristeći mikroskope sa skenirajućim probama.

Rezultati mjerenja 3D parametara *Sa* i *Sq*, a koji su ostvareni na površini oznake *P-II* potvrđuju mala odstupanja od ravnoće mjernih površina etalona.

Ostvareni rezultati potvrdili su prikladnost mjerne površine etalona oznake REH 20/2 za provedbu mjerenja tunelirajućim strujama, čime je i zadnja značajka očekivanih svojstava mjernih površina pozitivno potvrđena.

7.3 Analiza ostvarenih rezultata mjerenja novih etalona

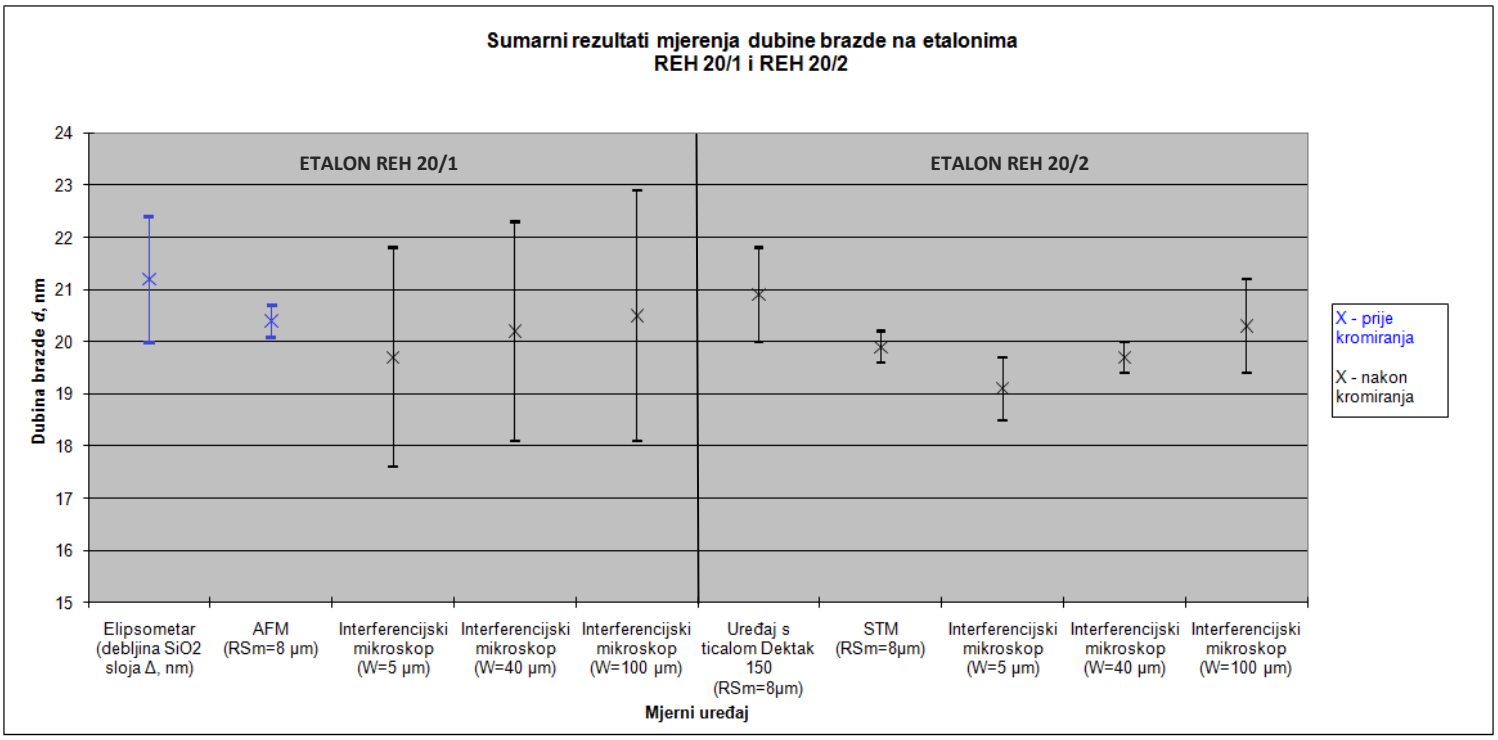
U tablici 7.13 prikazani su zbirni rezultati mjerenja dubine brazde ostvareni na etalonima oznaka REH 20/1, REH 50/1, REH 20/2 i REH 50/2. Rezultati koji nisu naznačeni sjenčanjem ostvareni su na etalonima prije nanošenja tankih prevlaka kroma. Rezultati koji su naznačeni osjenčanim poljima odnose se na rezultate ostvarene na kromom prevučenim mjernim površinama.

Tablica 7.13 Sumarni rezultati mjerenja dubine brazde

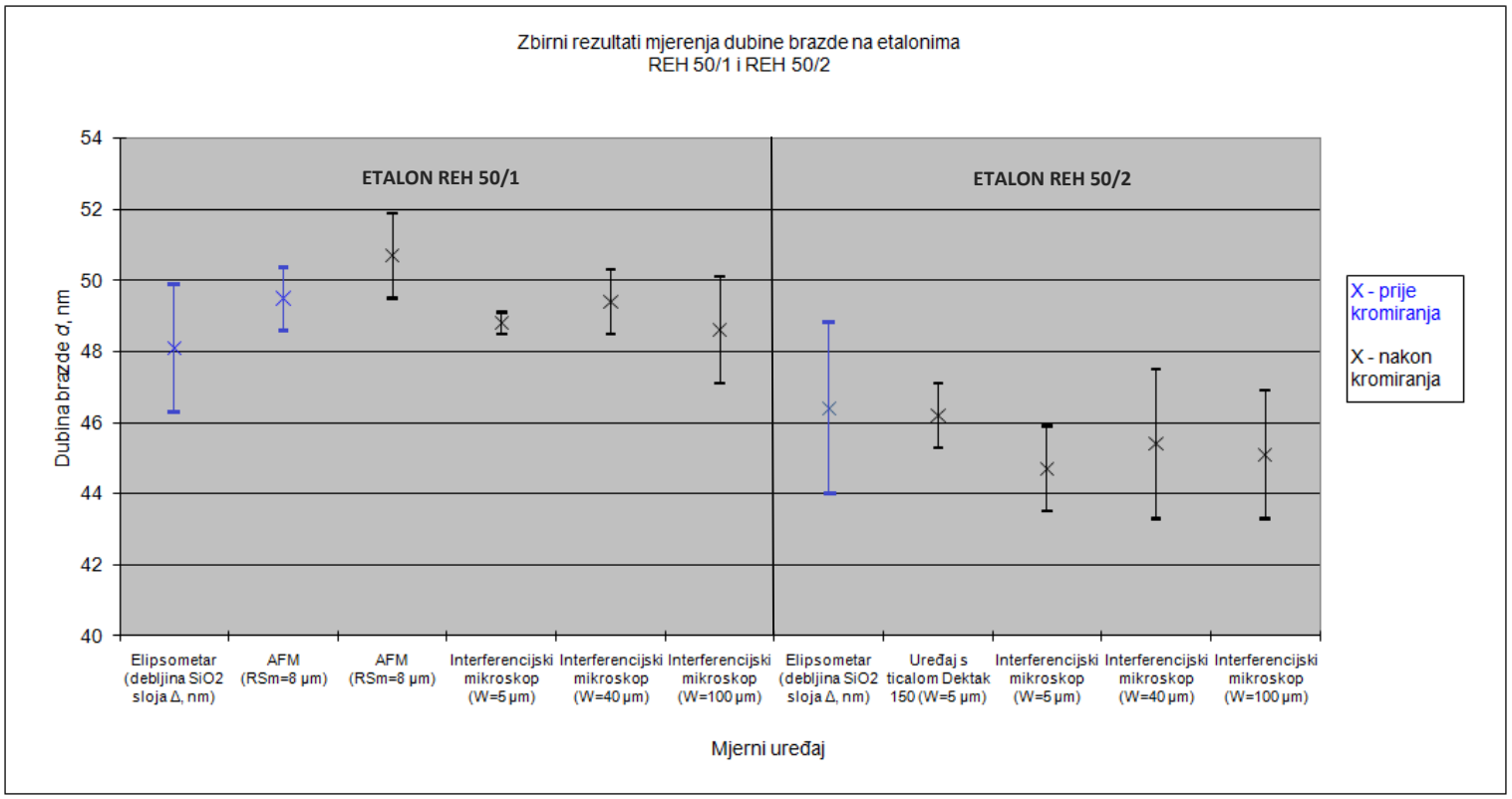
Etalon oznake	Mjerni uređaj	Parametar mjerenja				
		Debljina SiO_2 sloja *(Δ)*, nm	Dubina brazde *d (s)*, nm			
			RSm = 8 μm	*W = 5 μm*	*W = 40 μm*	*W = 100 μm*
REH 20/1	Elipsometar	21,2 (0,4)				
	AFM		20,4 (0,1)			
	Interferencijski mikroskop			19,7 (0,7)	20,2 (0,7)	20,5 (0,8)
REH 20/2	Interferencijski mikroskop			19,1 (0,2)	19,7 (0,1)	20,3 (0,3)
	Uređaj s ticalom (*Dektak 150*)		20,9 (0,3)			
	STM		19,9 (0,1)			
REH 50/1	Elipsometar	48,1 (0,6)				
	AFM		49,5 (0,3)			
			50,7 (0,4)			
	Interferencijski mikroskop			48,8 (0,1)	49,4 (0,3)	48,6 (0,5)
REH 50/2	Elipsometar	46,4 (0,8)				
	Interferencijski mikroskop			44,7 (0,4)	45,4 (0,7)	45,1 (0,6)
	Uređaj s ticalom (*Dektak 150*)			46,2 (0,3)		

Rezultati mjerenja dubine brazde iz tablice 7.13 potvrđuju dobro slaganje mjernih rezultata. Iako nisu provedena mjerenja na sve tri široke brazde i na slijedu brazdi sa svakim mjernim uređajem navedenim u tablici 7.13 to ne znači da isto nije moguće. Eventualno ograničenje može predstavljati površina mjerenja uređaja koja je u slučaju mikroskopa sa skenirajućim sondama često na razini od nekoliko mikrometara kvadratnih.

Na slikama 7.26 i 7.27 grafički su prikazani zbirni rezultati mjerenja dubine brazde etalona oznaka REH 20/1, REH 50/1, REH 20/2 i REH 50/2. Ucrtani intervali predstavljaju rasipanja rezultata na razini ± 3*s*.



Slika 7.26 Zbirni rezultati mjerenja dubine brazde etalona REH 20/1 i REH 20/2



Slika 7.27 Zbirni rezultati mjerenja dubine brazde etalona REH 50/1 i REH 50/2

Ostvareni rezultati mjerenja dubine brazde prije i nakon prevlačenja tanke prevlake kroma potvrđuju da nije došlo do promjene u nazivnoj vrijednosti. Iskazana procijenjena standardna odstupanja potvrda su dobroj ujednačenosti snimljenih profila na kojima su provedena mjerenja dubina brazdi.

Postupak mjerenja dubine brazde na korištenom elektroničko-mehaničkom uređaju s ticalom *Perthometer S8P* zahtijeva višestruke prolaze preko mjerne površine zbog prirode mjerenja. Kako je utvrđeno da nožica ticala korištenog elektroničko-mehaničkog uređaja oštećuje mjernu površinu, na tom mjernom uređaju nisu provedena mjerenja dubine brazde. No na dijelu površine sa slijedom brazdi snimljeno je šest tragova na kojima su izračunati parametri hrapavosti. Ostvarene vrijednosti odgovaraju relativnom odnosu vrijednosti parametra *Ra* i dubine brazde u slučaju pravokutnog profila.

U tablici 7.14 prikazani su rezultati mjerenja 2D parametara hrapavosti. Rezultati koji nisu naznačeni sjenčanjem ostvareni su na etalonima prije nanošenja tanke prevlake kroma, dok se osjenčana polja odnose na rezultate ostvarene na mjernim površinama prevučenim kromom.

Tablica 7.14 Rezultati mjerenja 2D parametara hrapavosti

Etalon oznake	Mjerni uređaj	*ln*, mm	2D parametar mjerenja			
			Ra (s), nm	*Rq(s), nm*	*Rz(s), nm*	*Rmax(s), nm*
REH 20/1	Uređaj s ticalom (*Perthometer S8P)*	0,125	10,0 (0,8)		28,0 (2,0)	31,0 (5,0)
REH 20/2	Uređaj s ticalom (*Dektak 150*)	1,25	9,7 (0,1)	10,2 (0,2)	44,6 (21,9)	
REH 50/1	Uređaj s ticalom (*Perthometer S8P*)	0,125	21,0 (0,3)		59,0 (1,0)	63,0 (2,0)
REH 50/2	Uređaj s ticalom (*Dektak 150*)	1,25	23,1 (0,1)	24,9 (0,2)	185,6 (2,3)	

Potvrda ujednačenosti mjernih površina sa slijedom brazdi etalona prije prevlačenja kromom ogleda se u izmjerenim vrijednostima parametara *Ra* i *Rz* ostvarenim na uređaju s ticalom *Perthometer S8P*.

Izmjerene vrijednosti parametra *Ra* potvrđuju dobro slaganje, iako su rezultati mjerenja na uređaju s ticalom *Perthometer S8P* ostvareni na duljini ocjenjivanja *ln* = 0,125 mm, dok je duljina ocjenjivanja na uređaju s ticalom *Dektak 150* iznosila *ln* = 1,25 mm. S druge strane, vrijednosti parametra *Rz* izmjerene na uređaju *Dektak 150* bitno su veće nego vrijednosti utvrđene na uređaju *Perthometer S8P*. Valja naglasiti da su korištene mjerne sile bile bitno različite iako se u oba slučaja radilo o kontaktnim metodama s ticalom. Mjerna sila na ticalu uređaja *Perthometer S8P* iznosila je 1,3 mN, dok je sila na ticalu uređaja *Dektak 150* iznosila 0,02 mN. Kod uređaja *Perthometer S8P* vođenje je osigurano u vidu cilindrične nožice, a kod uređaja *Dektak 150* osigurano je vanjsko vođenje. Nadalje, prvi uređaj na kome se mjerilo bio je uređaj *Perthometer S8P. Dektak 150* bio je predzadnji korišteni mjerni uređaj.

U međuvremenu se etaloni nisu čistili. U tom kontekstu valja promatrati utvrđene razlike u ostvarenim vrijednostima parametra *Rz*. Profili snimljeni na oba mjerna uređaja na etalonima s prevlakom kroma potvrda su da se zadržala pravokutna geometrija profila.

U tablici 7.15 prikazani su rezultati mjerenja 3D parametara hrapavosti. Kao što je to bio slučaj s prethodne dvije tablice i ovdje rezultati koji nisu naznačeni sjenčanjem ostvareni su na etalonima prije nanošenja prevlake kroma, dok se osjenčana polja odnose na rezultate ostvarene na mjernim površinama prevučenim kromom.

Tablica 7.15 Rezultati mjerenja 3D parametara hrapavosti

Etalon oznake	Mjerni uređaj	Mjerna površina	Dimenzije mjerne površine	3D parametar mjerenja		
				Sa, nm	*Sq*, nm	*Sz*, nm
REH 20/1	AFM	*P-I*	50 µm x 50 µm	10,0	10,2	73,2
		P-II		9,8	10,1	120,1
		P-III		9,8	10,1	201,5
REH 20/2	STM	*P-I*	700 nm x 700 nm	9,1	10,4	43,1
		P-IV		0,7	1,1	11,9
REH 50/1	AFM	*P-I*	50 µm x 50 µm	23,3	24,0	265,6
				24,9	25,7	195,8
		P-II		24,5	24,9	172,4
				22,9	23,2	70,5
		P-III		24,9	25,1	188,4
				22,9	23,5	199,3

Legenda:

P-I…P-III - tri segmenta mjerene površine sa slijedom brazdi

P-IV - površina dna brazde mjerene površine sa slijedom brazdi

Iako su oznake mjernih površina iz tablice 7.15 *P-I; P-II i P-III* za etalon 2.1 iste za rezultate ostvarene na neprevučenoj površini, kao i na kromom prevučenoj površini, one ne predstavljaju nužno identične segmente na mjerenoj površini.

Vrijednosti parametara *Sa* i *Sq* ostvarene na AFM-u i površini *P-I* sa STM-om usporedive su s vrijednostima 2D parametara hrapavosti *Ra* i *Rq* izmjerenim na istim etalonima koristeći elektroničko-mehanički uređaj s ticalom.

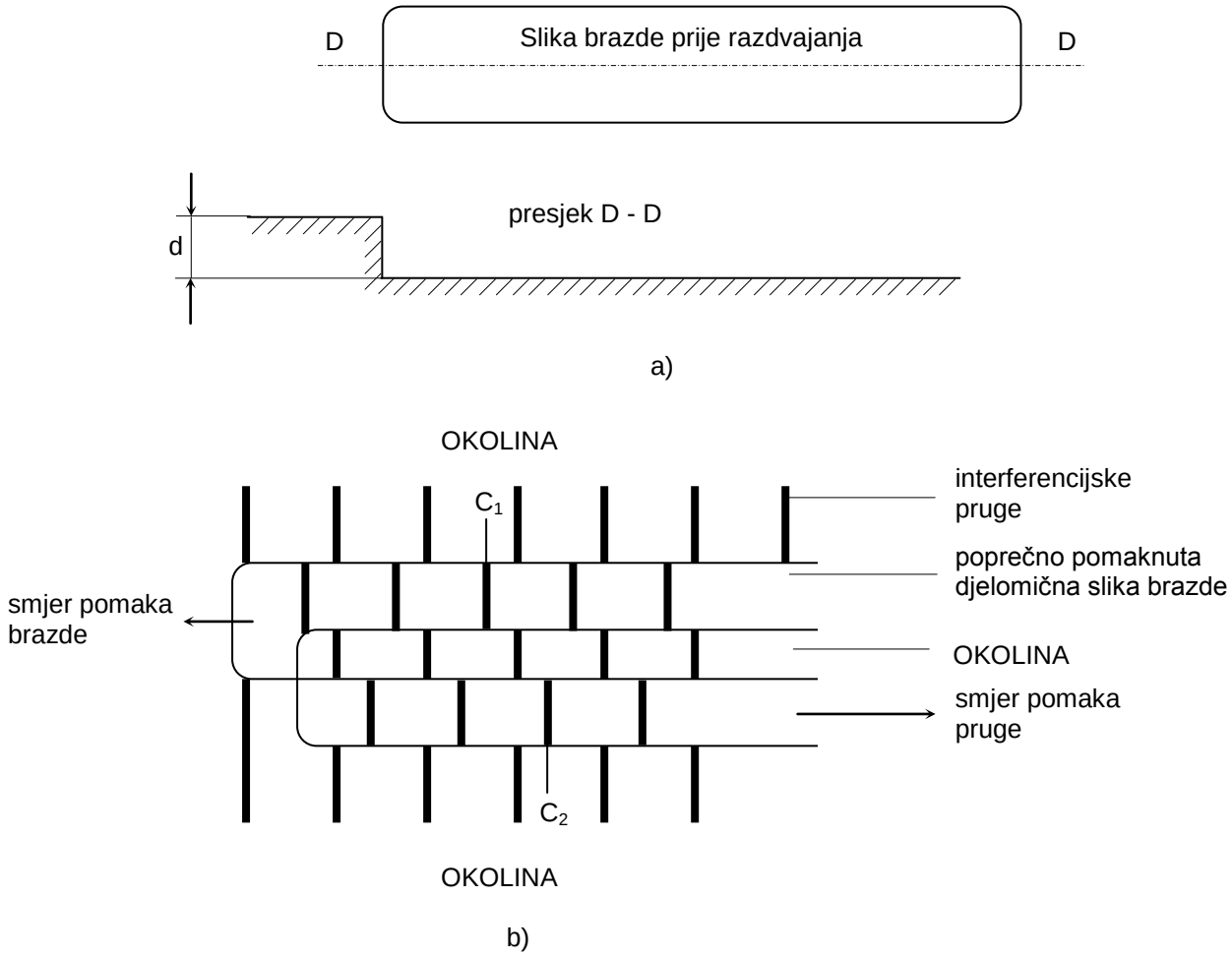
Nadalje, rezultati parametara *Sa* i *Sq* iz tablice 7.15 još jednom potvrđuju da nakon naparivanja sloja kroma nije došlo do narušavanja geometrije i odnosa vertikalnih i lateralnih komponenta mjernih struktura.

Mjerna površina iz tablice 7.15 označena kao *P-IV* površina je dna brazde mjerene površine sa slijedom brazdi, snimljena na mikroskopu s tunelirajućim strujama. Rezultati mjerenja parametara *Sa* i *Sq* ostvareni na površini oznake *P-IV* pokazuju zadovoljavajuću razinu srednjih aritmetičkih, odnosno kvadratnih odstupanja površine. No vrijednost najveće visine površine (*Sz*) na površini oznake *P-IV*, kao i na većini ostalih mjerenih površina, upućuje na izuzetnu osjetljivost tog parametra na prisutnost bilo kakvih nečistoća. Valja naglasiti da etaloni nisu bili čišćeni niti prije jedne provedbe mjerenja.

8 MJERNA NESIGURNOST U POSTUPKU UMJERAVANJA DUBINE BRAZDE INTERFEROMETRIJSKOM METODOM

8.1 Modifikacija interferencijskog mikroskopa *Epival-Interphako*

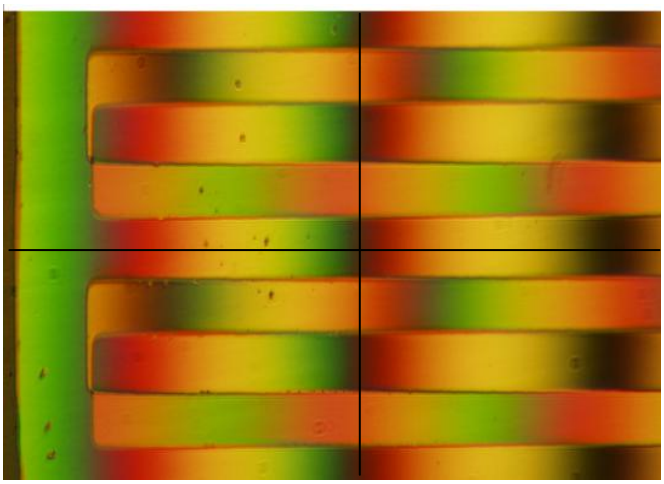
U cilju osiguravanja sljedivosti do definicije valnog metra i smanjenja mjernih nesigurnosti rezultata mjerenja dubine brazde *d*, u LFSB-u je provedena modifikacija interferencijskog mikroskopa *Epival-Interphako*. Na slici 8.1 a) prikazana je brazda kako se vidi kroz okular prije razdvajanja slike, a na slici 8.1 b) dan je prikaz dvostruke poprečno pomaknute slike brazde nakon razdvajanja Shearingovom metodom.



Slika 8.1 Prikaz dvostruko poprečno zamaknute slike brazde nakon razdvajanja Shearingovom metodom.

Okolinu objekta u ovom slučaju čini gornji dio površine referentnog etalona na kojem su vidljive pruge interferencije, a objekt čine djelomične slike brazde na kojima su pruge interferencije pomaknute u suprotnim smjerovima za jednake iznose s obzirom na interferencijske pruge u okolini i to ovisno o dubini brazde.

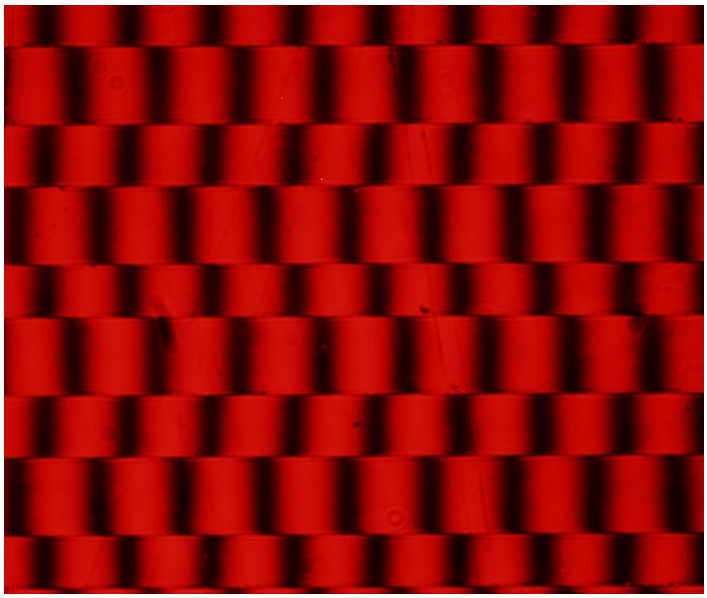
Originalno, izvor svjetlosti kod mikroskopa *Epival-interphako* je halogena lampa koja emitira svjetlo u cijelom vidljivom spektru. Razlika optičkih putova kod mikroskopa *Epival-Interphako* određuje se postavljanjem nitnog križa na odgovarajuće interferencijske pruge objekta, a očitanja se vrše pomoću mjernog kompenzatora. Slika 8.2 prikaz je kako se interferogram vidi u okularu mjernog uređaja.



Slika 8.2 Interferogram snimljen na mikroskopu *Epival-Interphako*

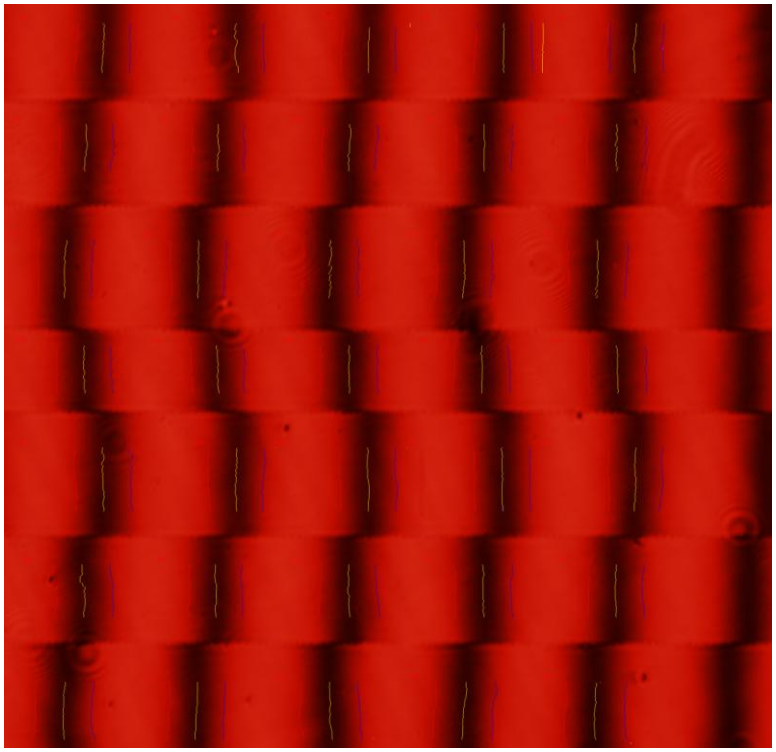
Kako se radi o prugama interferencije u spektru boja, otežano je pozicioniranje vertikalne linije nitnog križa na željenu bolju, što za posljedicu može imati veliko rasipanje rezultata mjerenja. Nadalje tu je i problem nedovoljnog poznavanja vrijednosti valne duljine one boje na koju je okomita linija nitnog križa postavljena. Zbog utvrđenih razloga izvršena je modifikacija interferometrijskog mikroskopa. Modifikacija se sastojala od primjene CCD kamere *Olympus DP 70* s 12,5 megapiksela te zamjene originalnog izvora svjetlosti mikroskopa-halogene lampe s jodno stabiliziranim helij-neon laserom.

Na slici 8.3 prikazan je interferogram snimljen CCD kamerom, na modificiranom interferometrijskom mikroskopu *Epival-Interphako*.



Slika 8.3 Interferogram snimljen na modificiranom mikroskopu *Epival-Interphako*

U LFSB-u je razvijen i softver za analizu interferograma. Program je napisan u *Visual Basicu*. Slika s kamere pretvara se u sliku sivih nijansi (engl. *"gray scale image"*). Potom koristeći x-y koordinate oblikuje se pravokutnik oko jedne pruge interferencije. Unutar definiranog pravokutnika svi pikseli se konvertiraju u crno-bijelu kombinaciju koristeći unaprijed definirane *edge detectors*. Pozicija srednje linije pruge interferencije tada se određuje korištenjem matematičkih algoritama. Program potom automatski pronalazi pozicije srednjih linija ostalih pruga interferencije te računa vrijednosti aritmetičkih sredina i standardnih devijacija odnosa pruga koje su nužne za izračun vrijednosti dubine brazde. Na slici 8.4 prikazan je interferogram sa srednjim linijama određenim softverom.



Slika 8.4 Interferogram sa srednjim linijama ucrtanim softverom

Modifikacijom mikroskopa *Epival-Interphako* značajno je poboljšana točnost i preciznost mjernog uređaja. Naime, kako se radi o monokromatskom izvoru svjetlosti kod modificiranog mikroskopa, kao što je to laser, više nije upitna vrijednost valne duljine, a koja je nužna za izračun vrijednosti dubine brazde.

Nadalje, problem pozicioniranja srednjih linija na prugama interferencija uklonjen je s He-Ne laserom kao izvorom svjetlosti modificiranog mikroskopa i softverom razvijenim u LFSB-u.

8.2 Proračun mjerne nesigurnosti metodama GUM i MCS

Postupak proračunavanja mjerne nesigurnosti GUM metodom opće je prihvaćen i vrlo zastupljen na području mjeriteljstva. Osnovne značajke GUM metode mogu se navesti kako slijedi:

- linearizacija matematičkog modela mjerene veličine $y = f(x_1, x_2, \ldots x_N)$
- ulazne veličine procjenjuju se iz pridruženih funkcija gustoće vjerojatnosti sljedećim parametrima: srednja vrijednosti x_i i standardno odstupanje $u(x_i)$
- primjena centralnog graničnog teorema
- izlazne veličine*:* $y =$; $U = k \cdot u_c(y)$; $P =$

U određenim slučajevima, pri izračunu mjerne nesigurnosti, funkcijski odnosi su vrlo složeni ili nelinearni. Ulazne veličine o kojima ovisi izlazna veličina i same ovise o drugim veličinama što dovodi do složenog funkcijskog odnosa koji se ne može uvijek eksplicitno iskazati.

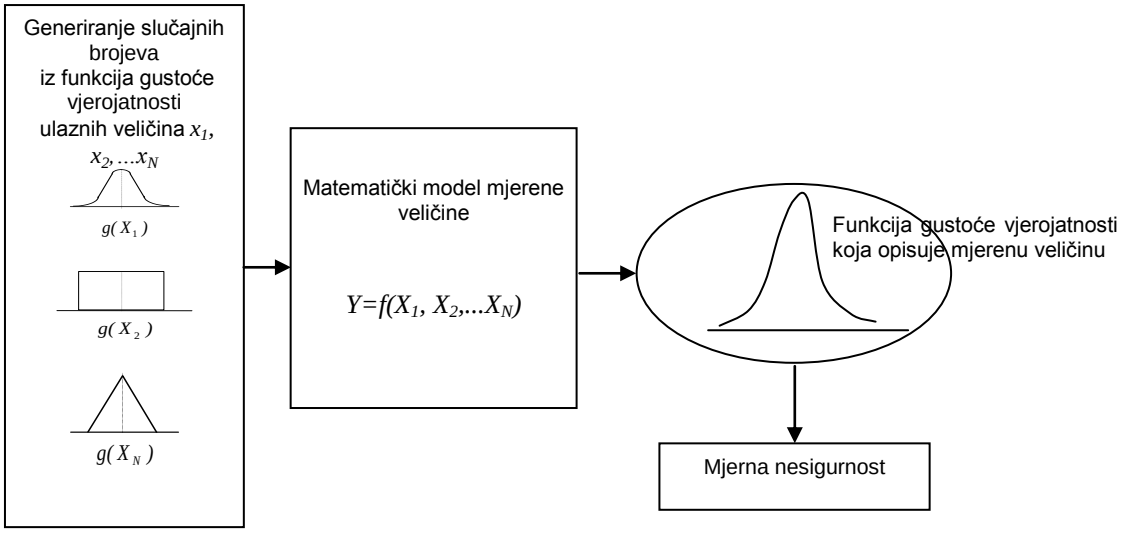
Također je važno reći da se proračun mjerne nesigurnosti GUM metodom temelji na centralnom graničnom teoremu čiji uvjeti u praksi ne moraju uvijek biti zadovoljeni. Izlazne veličine kod primjene GUM metode su najbolja procjena mjerene veličine y i proširena nesigurnost U uz faktor pokrivanja k i vjerojatnosti P. Pri tome se mogu javiti problemi pri određivanju faktora pokrivanja k koji se, uz primjenu centralnog graničnog teorema, direktno veže na normalnu razdiobu vjerojatnosti mjerene veličine.

Dok se proračun GUM metodom temelji na slaganju standardnih nesigurnosti uz stalna približenja normalnoj razdiobi, postupak proračuna MCS metodom temelji se na eksperimentalnoj funkciji gustoće vjerojatnosti dobivenoj slaganjem različitih funkcija gustoća vjerojatnosti ulaznih veličina. *Monte Carlo* simulacija je statistička simulacija povezana sa slučajnim događajima. Neki autori *Monte Carlo* simulacijama zovu bilo koju vrstu programa koji se koristi slučajnim brojevima. U ovom radu će se ovaj termin upotrijebiti samo za simulacije kod kojih se u rješavanju problema koristi stvaranje uzoraka iz razdioba slučajnih varijabli.

Osnovne značajke MCS metode mogu se navesti kako slijedi:

- ulazne veličine definirane su različitim funkcijama gustoće vjerojatnosti
- funkcije gustoće vjerojatnosti ulaznih veličina međusobno se kombiniraju i čine eksperimentalnu pdf mjerene (izlazne) veličine
- procjena izlazna veličina Y, te interval $(y_{\left(\frac{1-P}{2}\right)\cdot M},\ y_{\left(\frac{1+P}{2}\right)\cdot M})$ za određenu vjerojatnost P procjenjuju se iz eksperimentalne pdf izlazne veličine

Ideja o primjeni *Monte Carlo* simulacije na mjerni sustav prikazana je slikom 8.5.



Slika 8.5 *Monte Carlo* simulacija mjernog sustava

Iako su postupci procjene mjerne nesigurnosti (GUM metodom ili MCS metodom) primjenjivi u raznim mjernim uvjetima, za uspješnu primjenu njihovih pravila moraju biti uzeti u obzir specifični mjerni slučajevi. Specifičnosti postupka mjerenja i utjecajni faktori moraju biti dobro definirani prije određivanja nesigurnosti. Ključni faktori koji utječu u gotovo svakom postupku mjerenja su: etalon, predmet mjerenja, mjerni uređaj, mjeritelj i okolina u kojoj se provodi mjerenje. Za uspješnu procjenu mjerne nesigurnosti najvažnija je bliska povezanost matematičkog modeliranja sustava mjerenja i samog mjerenja [34].

8.3 Proračun mjerne nesigurnosti u postupku umjeravanja dubine brazde interferometrijskom metodom

U nastavku disertacije prikazan je proračun mjerne nesigurnosti u postupku umjeravanja dubine brazde d novih referentnih etalona apsolutnom metodom koristeći modificirani interferencijski mikroskop *Epival-Interphako.*

Proračun mjerne nesigurnost proveden je sukladno dokumentima ISO/IEC Guide 98-3:2008 i ISO/IEC Guide 98-3:2008/Suppl 1:2008.

8.3.1 Matematički model

Matematički model mjerenja dan je izrazom:

$$d = (\kappa + F_r)\frac{\lambda}{2n} + \delta L_f + \delta L_\Omega + \delta L_s \tag{8.1}$$

gdje je:

- d - dubina brazde
- κ - cijeli broj pruga interferencije
- F_r - pravi razlomak, tj. dio cijele pruge interferencije
- λ - valna duljina korištenog izvora svjetlosti
- n - indeks loma zraka
- δL_f - utjecaj geometrije brazde
- δL_Ω - utjecaj aperture
- δL_s - ponovljivost očitanja

8.3.2 Nesigurnost mjerenja dubine brazde metodom pravih razlomaka $u(d_{fit})$

Procjena dubine brazde računa se računalnim programom razvijenim u LFSB-u. Kratak opis rada programa dan je u poglavlju 8.1.

Dubina brazde određena metodom pravih razlomaka d_{fit} može se prikazati prema izrazu:

$$d_{fit} = \frac{(\kappa + F_r)\cdot \lambda}{2 \cdot n} \tag{8.2}$$

Temeljem poznate nazivne dubine brazde d i poznate vrijednosti λ korištenog izvora svjetlosti određen je cijeli broj pruga κ, te slijedi $u(\kappa) = 0$. Utjecajne veličine u postupku mjerenja dubine etalona metodom pravih razlomaka su: pravi razlomak (dio pruge) korištenog izvora svjetlosti valne duljine λ u vakuumu i indeks loma zraka n_1 s pripadajućim mjernim nesigurnostima $u(F_r)$, $u(\lambda)$, $u(n_1)$. Slijedi da se sastavljena varijanca može napisati prema izrazu (8.3):

$$u_c^2(d_{fit}) = c_\kappa^2 \cdot u^2(\kappa) + c_{F_r}^2 \cdot u^2(F_r) + c_\lambda^2 \cdot u^2(\lambda) + c_n^2 \cdot u^2(n) \tag{8.3}$$

gdje je:

$$c_\kappa = \frac{\partial d_{fit}}{\partial \kappa} = \frac{\lambda}{2 \cdot n}$$

$$c_{F_r} = \frac{\partial d_{fit}}{\partial_{Fr}} = \frac{\lambda}{2 \cdot n} \approx \frac{\lambda}{2} \tag{8.4}$$

$$c_\lambda = \frac{\partial d_{fit}}{\partial \lambda} = \frac{\kappa + F_r}{2 \cdot n} = \frac{d}{\lambda}$$

$$c_n = \frac{\partial d_{fit}}{\partial n} = -\frac{(\kappa + F_r)\lambda}{2 \cdot n^2} \approx -\frac{d}{n} = -d$$

8.3.2.1 Standardna nesigurnost mjerenja pravih razlomaka $u(F_r)$

Pri mjerenju pravih razlomaka F_r standardna mjerna nesigurnost $u(F_r)$ određena je eksperimentalnim putem na temelju trideset ponovljenih mjerenja. Izračunata vrijednost standardne mjerne nesigurnosti valjana je za nazivne vrijednosti dubina brazdi 20 nm i 50 nm te iznosi:

$$u(F_r) = 0{,}001 \text{ pruge} \tag{8.5}$$

8.3.2.2 Standardna nesigurnost mjerenja valne duljine izvora svjetlosti $u_c(\lambda)$

Korišten je jodno stabiliziran He-Ne laser (proizvođača NPL). Navedeni referentni laser emitira 474 THz te je, primjenom tehnike zasićene apsorpcije u šupljini prijelaza, stabiliziran s frekvencijom prijelaza 11-5 R(127) molekule joda $^{127}I_2$. Prema Certifikatu br. LL0301/0901 standardna nesigurnost umjeravanja lasera iznosi:

$$u_c(\lambda) = 1{,}1 \cdot 10^{-11} \cdot \lambda \tag{8.6}$$

8.3.2.3 Standardna nesigurnost indeksa loma zraka $u(n)$

Indeks loma određen je mjerenjem parametara koji utječu na gustoću zraka te računanjem indeksa loma, koristeći izmijenjenu verziju Edlenove jednadžbe. Vrijednost standardne nesigurnosti indeksa loma zraka utvrđena je u iznosu od $12{,}9 \cdot 10^{-8}$ [35]. S obzirom na vrijednosti mjerenih dubina brazdi, pretpostavlja se da vrijednost standardne nesigurnosti indeksa loma ima zanemariv utjecaj te je stoga:

$$u_c(n) = 0 \tag{8.7}$$

8.3.2.4 Sastavljena standardna nesigurnost metode mjerenja pravih razlomaka $u_c(d_{fit})$

Sastavljena standardna nesigurnost metode mjerenja pravih razlomaka jednaka je pozitivnom drugom korijenu sastavljene varijance $u_c^2(d_{fit})$ prema izrazu (8.3). Uvrštavanjem vrijednosti u izraz (8.3) slijedi:

$$u_c^2(d_{fit}) = \left(\frac{\lambda}{2}\right)^2 \cdot (0{,}001 pruge)^2 + \left(\frac{d}{\lambda}\right)^2 \cdot u^2(\lambda) + (d)^2 \cdot u^2(n) \qquad (8.8)$$

$= (316{,}408)^2 \cdot (0{,}001)^2 + d^2 \cdot (1/\lambda)^2 \cdot (1{,}1 \cdot 10^{-11} \cdot \lambda)^2 + (-d)^2 \cdot (0)^2 = 0{,}0017 + 1{,}1 \cdot 10^{-22} \cdot d^2$

za d u nm.

8.3.3 Nesigurnost uslijed utjecaja geometrije brazde $u(\delta L_f)$

Standardna mjerna nesigurnost utjecaja geometrije brazde $u(\delta L_f)$ određena je eksperimentalnim putem na temelju trideset ponovljenih mjerenja udaljenosti pruga interferencija. Izračunata vrijednost standardne mjerne nesigurnosti uslijed utjecaja geometrije brazde valjana je za nazivne vrijednosti dubina brazdi 20 nm i 50 nm te iznosi:

$$u(\delta L_f) = 0{,}294 \text{ nm} \qquad (8.9)$$

8.3.4 Nesigurnost uslijed utjecaja aperture $u(\delta L_\Omega)$

U interferometrijskom mikroskopu *Epival-Interphako*, ulazna i izlazna apertura leže na optičkoj osi interferometra. Kao posljedica toga, svjetlost pada okomito na brazdu i njezinu okolinu te je iznos korekcije zbog utjecaja aperture jednaka 0.

Mjerna nesigurnost utjecaja aperture $u(\delta L_\Omega)$ ovisi o duljini fokusa leće kolimatora i dimenzijama aperture. Na temelju navoda iz literature [36] procjenjuje se da doprinos nesigurnosti iznosi:

$$u(\delta L_\Omega) = 0{,}5 \cdot 10^{-4} \cdot d \tag{8.10}$$

d u nm.

8.3.5 Standardna nesigurnost ponovljivosti očitanja korištenog softvera za analizu interferograma $u(\delta L_s)$

Utjecaj korištenog softvera za analizu interferograma određen je na temelju šezdeset ponovljenih mjerenja udaljenosti dviju pruga interferencija. Veličine stranica selektiranog pravokutnika oko prve pruge interferencije varirane su, kako bi se istražio utjecaj algoritma softvera na analizu pozicija srednjih linija pruga interferencija.

$$u(\delta L_s) = 0{,}027\,nm \tag{8.11}$$

8.3.6 Sastavljena standardna nesigurnost $u_c(d)$

Komponente sastavljene standardne nesigurnosti prikazane su u tablici 8.1. Sastavljena standardna nesigurnost $u_c(d)$ jednaka je drugom korijenu iz sume kvadrata navedenih utjecaja i iznosi:

$$u_c^2(d) = \sqrt{\left(0{,}43^2 + 0{,}5 \cdot 10^{-4} \cdot d^2\right)} \; nm, d \; u \; nm \qquad (8.12)$$

Tablica 8.1 Sastavnice standardne nesigurnosti u postupku umjeravanja dubine brazde interferencijskom metodom

Sastavnica standardne mjerne nesigurnosti	**Izvor nesigurnosti**	**Iznos standardne nesigurnosti $u(x_i)$ d u nm**	**Razdioba**	**Koeficijent osjetljivosti $c_i = \partial d/\partial x_i$**	**Doprinos mjernoj nesigurnosti $u_i(d)$, nm d u nm**
κ	Cijeli broj pruga interferencije	0	-	$\frac{\lambda}{2}$	0
F_r	Dio cijele pruge interferencije	0,001 pruge	Normalna	$\frac{\lambda}{2}$	0,316
λ	Valna duljina izvora svjetlosti	$1{,}1 \cdot 10^{-11} \cdot \lambda$	Normalna	$\frac{d}{\lambda}$	$1{,}1 \cdot 10^{-11} \cdot d$
n	Indeks loma zraka	0	Normalna	$-d$	0
δL_f	Utjecaj geometrije brazde	0,294 nm	Normalna	1	0,294
δL_Ω	Utjecaj aperture	$0{,}5 \cdot 10^{-4} \cdot d$	Pravokutna	1	$0{,}5 \cdot 10^{-4} \cdot d$
δL_s	Utjecaj ponovljivosti očitanja	0,027 nm	Normalna	1	0,027
Sastavljena standardna nesigurnost $u_c(d)$				***$u_c^2(d) = (0{,}43^2 + 0{,}5 \cdot 10^{-4} \cdot d^2)$ nm^2, d u nm***	
Proširena mjerna nesigurnost U za $k = 2$; $P = 95\%$				***U = 0,9 nm***	

Kako je iznos drugog člana binoma zanemariv u odnosu na prvi član, linearizacija sastavljene standardne nesigurnosti $u_c(d)$ nema opravdanja. Stoga sastavljena standardna nesigurnost $u_c(d)$ u postupku mjerenja dubine brazde novih etalona interferencijski iznosi:

$$u_c(d) = 0{,}43 \text{ nm} \tag{8.13}$$

Uz pretpostavku normalne razdiobe, uz faktor pokrivanja $\boldsymbol{k = 2}$ i vjerojatnost $\boldsymbol{P = 95\ \%}$ proširena mjerna nesigurnost iznosi:

$$\boldsymbol{U = 0{,}9\ nm} \tag{8.14}$$

8.3.7 Proračun mjerne nesigurnosti primjenom MCS

Proračun mjerne nesigurnosti pri umjeravanju dubine brazdi interferometrijskom metodom također je proveden i primjenom *Monte Carlo* simulacija. MCS metoda je primijenjena, osim za izračun mjerne nesigurnosti, i u svrhu vrednovanja rezultata dobivenih primjenom GUM postupka. U radu je proračun mjerne nesigurnosti MCS metodom izvršen koristeći *MathCad* program. Funkcije gustoće vjerojatnosti izlazne veličine d simulirane su MSC metodom na osnovu izraza:

$$d = (\kappa + F_r)\frac{\lambda}{2n} + \delta L_f + \delta L_\Omega + \delta L_s \tag{8.15}$$

Ulazne veličine X_i za etalone nazivnih dubina brazdi 20 nm i 50 nm definirane su funkcijama gustoća vjerojatnosti $g(x_i)$ kako je prikazano u tablici 8.2 i 8.3.

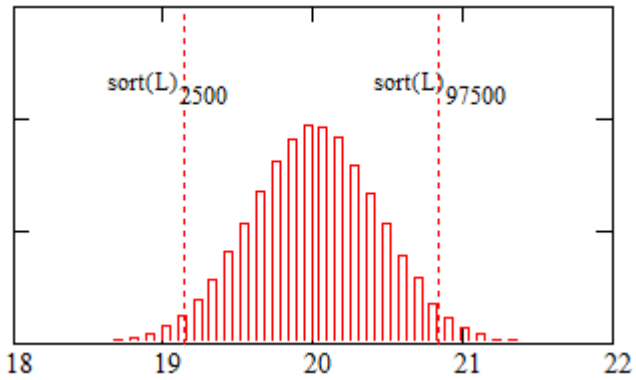
Tablica 8.2 Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti u postupku simulacije veličine d za etalon nazivne dubine brazde d = 20 nm

Ulazna veličina x_i		**Funkcija gustoće vjerojatnosti $g(x_i)$**
Cijeli broj pruga interferencije	κ	-
Dio cijele pruge interferencije	F_r	Normalna razdioba (M; 0 nm; 0,316 nm)
Valna duljina izvora svjetlosti	λ	Normalna razdioba (M; 0 nm; $2{,}2 \cdot 10^{-10}$ nm)
Indeks loma zraka	n	-
Utjecaj geometrije brazde	δL_f	Normalna razdioba (M; 0 nm; 0,294 nm)
Utjecaj aperture	δL_Ω	Pravokutna razdioba (M; 0 nm; 10^{-3} nm)
Utjecaj ponovljivosti očitanja	δL_s	Normalna razdioba (M; 0 nm; 0,027 nm)

Tablica 8.3 Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti u postupku simulacije veličine d za etalon nazivne dubine brazde d = 50 nm

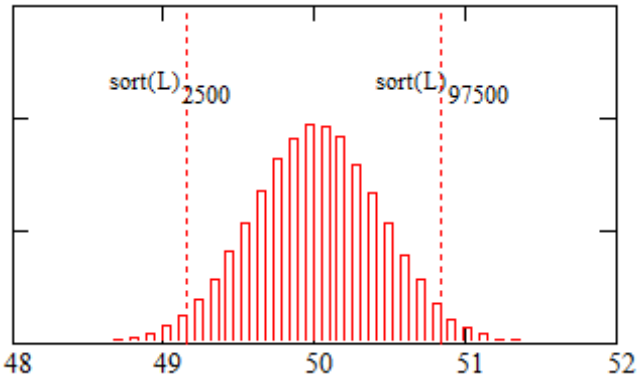
Ulazna veličina x_i		**Funkcija gustoće vjerojatnosti $g(x_i)$**
Cijeli broj pruga interferencije	κ	-
Dio cijele pruge interferencije	F_r	Normalna razdioba (M; 0 nm; 0,316 nm)
Valna duljina izvora svjetlosti	λ	Normalna razdioba (M; 0 nm; $5{,}5 \cdot 10^{-10}$ nm)
Indeks loma zraka	n	-
Utjecaj geometrije brazde	δL_f	Normalna razdioba (M; 0 nm; 0,294 nm)
Utjecaj aperture	δL_Ω	Pravokutna razdioba (M; 0 nm; $2{,}5 \cdot 10^{-3}$ nm)
Utjecaj ponovljivosti očitanja	δL_s	Normalna razdioba (M; 0 nm; 0,027 nm)

Funkcije gustoće vjerojatnosti $g(d)$ izlazne veličine d dobivene su uz M = 100000 simulacija. Funkcije gustoće vjerojatnosti izlazne veličine d za nazivne dubine brazdi 20 nm i 50 nm prikazane su na slikama 8.6 i 8.7.



Slika 8.6 Funkcije gustoće vjerojatnosti $g(d)$ za etalon nazivne dubine brazde 20 nm

Procijenjeno standardno odstupanje izlazne veličine d za etalon nazivne dubine brazde 20 nm iznosi 0,43 nm. Ista vrijednost procijenjenog standardnog odstupanja izlazne veličine d utvrđena je kod etalona nazivne dubine brazde 50 nm, čime su potvrđene mjerne nesigurnosti dobivene GUM metodom. Također funkcije gustoće vjerojatnosti $g(d)$ izlazne veličine d, a koje su prikazane na slikama 8.6 i 8.7, potvrđuju normalne razdiobe izlaznih veličina.



Slika 8.7 Funkcije gustoće vjerojatnosti $g(d)$ za etalon nazivne dubine brazde 50 nm

Izlazna veličina d za etalon nazivne dubine brazde 20 nm nalazi se unutar intervala:

$$(Y_{0,025} = 19{,}15 \text{ nm}; Y_{0,975} = 20{,}84 \text{ nm}) \text{ uz } P = 95\ \%. \quad (8.16)$$

Izlazna veličina d za etalon nazivne dubine brazde 50 nm nalazi se unutar intervala:

$$(Y_{0,025} = 49{,}151 \text{ nm}; Y_{0,975} = 50{,}84 \text{ nm}) \text{ uz } P = 95\ \%. \quad (8.17)$$

Proširena mjerna nesigurnost procijenjena MCS metodom iznosi:

$$\boldsymbol{U = 0{,}9 \text{ nm uz } P = 95\ \%} \quad (8.18)$$

9 ZAKLJUČAK

U okviru ovog rada razvijen je referentni etalon hrapavosti kojim su se osigurali uvjeti mjerenja 2D i 3D parametara hrapavosti te dubine brazde u području ispod 50 nm. Razvijeni etalon mjerljiv je svim metodama koje se danas koriste u području ispitivanja hrapavosti površina. Iskustvo u modeliranju, postupku izrade i dvadesetogodišnje iskustvo s postojećim referentnim etalonima LFSB-a razlozi su da se upravo na njihovoj bazi razvije novi niz etalona.

Temeljem provedenih istraživanja u okviru EURAMET Projekta 1012 utvrđena su ograničenja u postupku mjerenja dubine brazde na postojećim referentnim etalonima hrapavosti LFSB-a koristeći suvremenu mjeriteljsku opremu.

Na osnovi rezultata istraživanja značajki etalona u području nanomjeriteljstva, te rezultata mjerenja ostvarenih unutar EURAMET Projekta 1012 u radu je dan prijedlog novog referentnog etalona hrapavosti u području nanomjeriteljstva. Planirana struktura novog etalona u siliciju, odnosno silicijevom-dioksidu, nije pogodna za primjenu interferencijske metode mjerenja, kao i metode mjerenja tunelirajućim strujama. Razlog tomu je transparentnost i električna nevodljivost SiO_2 sloja. Prevlačenjem etalona prevlakom odgovarajućih optičkih, mehaničkih i električkih svojstava moguće je osigurati sve potrebne uvjete za provedbu cijelog niza različitih metoda mjerenja na jednoj jedinstvenoj mjernoj površini. Odabrani materijal prevlake jest krom.

U suradnji s tvrtkom *MikroMasch Trading OU* i Institutom Ruđer Bošković novi referentni etalon hrapavosti fizički je realiziran.

S ciljem utvrđivanja značajki etalona prije nanošenja tankog sloja kroma provedena su odgovarajuća mjerenja etalona elipsometrom, mikroskopom atomskih sila te elektroničko-mehaničkim uređajem s ticalom.

Rezultati ispitivanja značajki etalona prije nanošenja prevlake kroma mogu se sažeti u sljedećem:

- Rezultati provedenih elipsometrijskih mjerenja potvrdili su očekivane debljine slojeva silicijevog dioksida.
- Mjerenja na mikroskopu atomskih sila i elektroničko-mehaničkom uređaju s ticalom potvrdila su pravokutnu geometriju slijeda brazdi.

- Uočena je dobra ujednačenost geometrije profila koja je rezultirala malim procijenjenim standardnim odstupanjima rezultata mjerenja, kako dubine brazde, tako i 2D i 3D parametara hrapavosti.
- Prilikom provedbe mjerenja kontaktnom metodom koristeći uređaj s ticalom *Perthometer S8P*, na mjernim površinama etalona uočena su mehanička oštećenja. Vođenje ticala osigurano je u vidu cilindrične nožice te ne postoji mogućnost regulacije mjerne sile. Pretpostavlja se da je prilikom prolaza nožice uređaja došlo do mehaničkog oštećenja sloja Si_3N_4. Nožica u tom slučaju nije oštetila primarnu Si/SiO_2 strukturu.

Po završetku ispitivanja mjeriteljskih značajki na etalone su nanesene tanke prevlake kroma PVD tehnologijom uz zagrijavanje izvornog materijala snopom elektrona. Parametri postupka naparivanja odabrani su tako da ostvarene debljine prevlaka kroma iznose približno 50 nm.

Nakon nanošenja prevlake kroma na etalonima je ponovno provedeno mjerenje na mikroskopu atomskih sila i na elektroničko-mehaničkom uređaju s ticalom. Provedena su i interferencijska mjerenja dubine brazde te dodatna kontaktna mjerenja na uređaju s ticalom, kao i mjerenja mikroskopom tunelirajućih struja.

U nastavku iznijeti zaključci su rezultata ispitivanja značajki etalona na mjernim površinama prevučenim kromom:

- Na mikroskopu atomskih sila, na kontaktnim uređajima s ticalom te na mikroskopu s tunelirajućim strujama utvrđeno je da se nakon prevlačenja zadržala pravokutna geometrija slijeda brazdi.
- Rezultati interferencijskih mjerenja govore u prilog ujednačenosti nanesenog sloja kroma. Dodatno, geometrija pruga interferencija upućuje da nije došlo do narušavanja pravokutne geometrije primarne Si/SiO_2 strukture brazdi.
- Mjerenja dubina brazdi na mikroskopu atomskih sila, na kontaktnom uređaju s ticalom, na interferencijskom mikroskopu i na mikroskopu s tunelirajućim strujama potvrđuju dobro slaganje mjernih rezultata.

- Izmjerene vrijednosti 2D parametara hrapavosti *Ra* i *Rq* te 3D parametara *Sa* i *Sq* govore u prilog ujednačenosti mjernih površina nakon nanošenja tanke prevlake kroma. Ostvareni rezultati mjerenja potvrda su da se razina uniformnosti mjernih površina prije kromiranja zadržala i nakon što je sloj kroma nanesen na površinu etalona.
- Mjerenjem parametara *Rz* i *Sz* utvrđen je velik raspon rezultata mjerenja. Predmetni parametri definirani su kao najveća visina profila (*Rz*), odnosno površine (*Sz*) te utjecaj bilo kakvog ekstrema na mjernoj površini bitno utječe na mjerni rezultat. Taj utjecaj posebice je značajan jer se radi o mjernim strukturama s dubinama od 20 nm i 50 nm, tako da prisutnost eventualnih nečistoća može znatno doprinijeti povećanju izmjerenih vrijednosti parametra *Rz* i *Sz.*
- Na profilima snimljenim kontaktnom metodom uređajem s ticalom utvrđena je izrazita valovitost. Kada se govori o pojavi valovitosti površina etalona valja svakako u raspravu uključiti i mogući utjecaj vođenja igle ticala mjernog uređaja. Naime, vertikalne komponente mjerenih struktura na razini su od nekoliko desetaka nanometara, te na toj razini utjecaj vođenja igle ticala nesumnjivo može u velikoj mjeri utjecati na pojavu valovitosti kao zbirne mjere utjecaja same geometrije etalona i utjecaja vođenja igle ticala.
- Potvrđena je prikladnost mjernih površina za provedbu kontaktnih mjerenja na uređajima s ticalom gdje je osigurano vanjsko vođenje ticala.

Istraživanja su potvrdila ujednačenost mjernih površina prije nanošenja sloja kroma, dok je primijenjenim PVD postupkom prevlačenja etalona zadržana primarna Si/SiO_2 struktura. Potvrđena je prikladnost mjernih površina novih referentnih etalona hrapavosti za provedbu mjerenja koristeći sve mjerne metode koje se koriste u postupku ispitivanja hrapavosti površina (visoka refleksivnost, povoljna mehanička svojstva, netransparentnost, električka vodljivost).

Na pojedinim segmentima ispitivanih mjernih površina utvrđena su značajna odstupanja na što ukazuju mjereni parametri *Rz* i *Sz*. Uzrok pojave utvrđenih

odstupanja, s obzirom na mjerno područje koje je na razini nekoliko desetaka nanometara, može biti uzrokovano bilo mjernim uređajem bilo prisutnošću nečistoća na mjernim površinama ili eventualno utjecajem nečistoća prilikom postupka prevlačenja etalona tankom prevlakom kroma.

U okviru provedenih istraživanja izvršena je i modifikacija interferencijskog mikroskopa *Epival-Interphako* s ciljem smanjenja mjerne nesigurnosti u postupku mjerenja dubine brazde interferencijskom metodom. Modifikacija se sastojala od primjene CCD kamere *Olympus DP 70* i zamjene originalnog izvora svjetlosti halogene lampe s jodno stabiliziranim helij-neon laserom. Time se u LFSB-u osigurala sljedivost rezultata mjerenja dubine brazde do definicije valnog metra.
U LFSB-u razvijen je i softver za analizu interferograma kojim je riješen problem pozicioniranja srednjih linija na prugama interferencija.
Proračunom mjerne nesigurnosti u postupku mjerenja dubine brazde novih etalona na modificiranom interferencijskom mikroskopu ostvarena je očekivana razina mjerne nesigurnosti u iznosu od U = 0,9 nm; k = 2; P = 95 %.

U cilju boljeg uvida u mjerne značajke novih etalona hrapavosti LFSB će pokrenuti međunarodnu usporedbu mjerenja dubine brazde te 2D i 3D parametara hrapavosti pri čemu će se voditi računa da se u usporedbu uključi što veći broj mjernih uređaja, odnosno mjernih metoda.
Daljnja istraživanja bit će usmjerena na dodatna istraživanja ujednačenosti mjerne površine sa slijedom brazdi s aspekta primjenjivosti tih površina za reprodukciju 2D i 3D parametara hrapavosti.

LITERATURA

[1] ISO 5436-1:2000 Geometrical Product Specifications (GPS) -- Surface texture: Profile method; Measurement standards -- Part 1: Material measures.

[2] ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement -- Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)

[3] R. P. Feynman, C. Sykes, No Ordinary Genius: The Illustrated Richard Feynman, W. W. Norton & Company, London, 1995.

[4] G. Timp, Nanotechnology, Springer- Verlag, New York, 1999.

[5] M.S Werdee, Surface Topography, Nanometrology of optical flats by laser autocollimator, Vol.1, pp. 415-425, 1988.

[6] Teague, E.C., Nanometrology, Proceedings of AIP Conference, pp. 371-407, Santa Barbara, CA, 1991.

[7] Report of CCL/WGDM/02-55 Working Group on Dimensional Metrology, Sèvres, September 2002.

[8] R.K. Leach, R. Boyd, T. Burke, H.-U. Danzebrink, K. Dirscherl, T. Dziomba, M. Gee, L. Koenders, V. Morazzani, A. Pidduck, D. Roy, W.E.S. Unger, A. Yacoot, Consultation on a European Strategy for Nanometrology, 2010.

[9] W. Lojkowski**,** A. Daniszewska, M. Chmielecka, R. Pielaszek, R. Fedyk, A. Opalińska, R. Turan, S. Bilgi, A. Seyhan, S. Yerci, H. Matysiak, T. Wejrzanowsk, L.T. Baczewski, A. Proykova, H. Iliev, R. Czajka, A. Burjan, Eighth Nanoforum Report: Nanometrology, July 2006.

[10] L. Koenders, G. Wilkening, International comparison in the field of nanometrology: step height (NANO2), Euspen International topical conference on precision engineering, micro technology, measurement Aachen (Germany), May 2003.

[11] H. Bosse, W. Häßler-Grohne, J. Flügge, R. Köning, Final report on CCL-S3 supplementary line scale comparison Nano3, Metrologia, Vol. 40, 2003.

[12] F. Meli, Final report WGDM-7: Preliminary comparison on nanometrology, Nano4: 1D gratings, Wabern, November 2000.

[13] H.N. Hansen, K. Carneiro, H. Haitjema, L. De Chiffre, Dimensional Micro and Nano Metrology, CIRP Annals - Manufacturing Technology, 2006.

[14] G. Binnig, C.F. Quate, C. Gerber, Atomic Force Microscope. Physical Review Letters, Vol. 56, 930-933, 1986.

[15] I. Pletikosić, Ispitivanje površine paladija fotoelektronskom Spektroskopijom, PMF, Zagreb, 2004.

[16] A. Davies, J.A. Stroscio, D.T. Pierce, R.J. Celotta, Atomic-scale Observations of Alloying at the Cr-Fe(001) Interface, Physical Review Letters, Vol. 76, 4175, 1996.

[17] R. Howland, L. Benatar, Practical Guide to Scanning Probe Microscopy, ThermoMicroscopes, March 2000.

[18] A.L. Weisenhorn, P.K. Hansma, T.R. Albrecht, C.F. Quate, Forces in Atomic Force Microscopy in Air and Water, Applied Physics Letter, 54, 2651-2653, 1989.

[19] L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, 1997.

[20] J. Goodhew, F. J. Humphreys, Electron Microscopy and Analysis, Taylor & Francis, London - New York - Philadelphia, 1988.

[21] A. R. Sampson, Scanning Electron Microscopy, Ohio Wesleyan PHYS 345, Fall, 2009.

[22] D. Pavić, Rasterski elektronski mikroskop, PMF, Zagreb, 2001.

[23] K.J. Stout, W.P. Dong, E. Mainsah, L. Blunt, N. Luo, P.J. Sullivan, Three Dimensional Surface Topography, Measurement, Interpretation and Application, Penton Press, New York City, 1994.

[24] B. Gažan, Prilog utvrđivanju mjerne nesigurnosti baždarnog postupka etalona hrapavosti, FSB, Zagreb, 1997.

[25] Zuordnung dimensionelle Messgeräte zu Prüf- und Kalibriernormalen, PTB, 2005.

[26] Standards and reference samples for nano- & micro-measurement systems, 2005.

[27] S. Mahović, Doprinos baždarenju etalona za podešavanje uređaja za ispitivanje hrapavosti tehničkih površina, FSB, Zagreb. 1985.

[28] L. Koenders, R. Bergmans, J. Garnaes, J. Haycocks, N. Korolev, T. Kurosawa, F. Meli, B.C. Park, G.S. Peng, G.B. Picotto, E. Prieto, S. Gao, B. Smereczynska, T. Vorburger, G. Wilkening, Comparison on Nanometrology: Nano 2—Step height, Metrologija, Vol. 40, 2003.

[29] ISO 4288:1996 Geometrical Product Specifications (GPS) -- Surface texture: Profile method -- Rules and procedures for the assessment of surface texture

[30] ISO 3274:1996 Geometrical Product Specifications (GPS) -- Surface texture: Profile method -- Nominal characteristics of contact (stylus) instruments

[31] I. Filipović, S. Lipanović, Opća i anorganska kemija, Školska knjiga, Zagreb, 1991.

[32] M. Gojić, Površinska obradba materijala, Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet, Sisak, 2010.

[33] M. Wilms, M. Schmidt, G. Bermes, K. Wandelt, New and versatile ultrahigh vacuum scanning tunneling microscope for film growth experiments, Rev. Sci. Instrum., Vol. 69, 1998.

[34] B. Runje, Istraživanje mjernih nesigurnosti u postupcima umjeravanja etalona duljine, FSB, Zagreb, 2002.

[35] K.P. Birch, M.J. Downs, An updated Edlen Equation for the refractive indeks of air, Metrologija, Vol. 30, 1993.

[36] K. Creath, Calibration of numerical aperture effects in interferometric microscope objectives, Applied Optics, Vol 28, 1989.

ŽIVOTOPIS

Gorana Baršić rođena je 18. srpnja 1977. godine u Zagrebu. Nakon završene Prirodoslovno-matematičke gimnazije 1995. godine upisuje Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. Diplomirala u srpnju 2001. godine na smjeru Proizvodno strojarstvo. Poslijediplomski doktorski studij, smjer Industrijsko inženjerstvo i menadžment upisuje akademske godine 2001/02. Od 01. studenoga 2001. radi kao znanstvena novakinja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu u Zavodu za kvalitetu na Katedri za mjerenje i kontrolu. Aktivno surađuje u znanstveno-istraživačkom radu te u organizaciji i provođenju stručnih seminara iz područja ispitivanja hrapavosti površina koje organizira Katedra za mjerenje i kontrolu. U okviru znanstvenog projekata *Nacionalni laboratorij za duljinu* (120-1201785-1784) objavila je 18 znanstvenih radova. 2002. godine prisustvuje izobrazbi *Ustrojstvo Laboratorija prema HRN EN ISO/IEC 17025:2000, DZNM – CTT*. Iste godine imenovana je menadžerom kvalitete Laboratorija za precizna mjerenja dužina Fakulteta strojarstva i brodogradnje.

U cilju stručne izobrazbe tijekom 2002. godine pristupnica je dva tjedna boravila u Njemačkom nacionalnom mjeriteljskom institutu (PTB). U okviru EURAMET Projekta 1012 *Limitations of measuring methods for the depth of the groove* pristupnica je u vremenskom periodu od 2008. godine do 2010. godine u nekoliko navrata boravila u Nacionalnim mjeriteljskim institutima Italije i Egipta.

Od 2001. godine neprekidno je uključena u izvođenje nastave kolegija Katedre za mjerenje i kontrolu Zavoda za kvalitetu.

Članica je Hrvatskog mjeriteljskog društva i Hrvatskog društva za kvalitetu.

Udana je i majka dvoje djece.

Piše i govori engleski, služi se talijanskim jezikom.

BIOGRAPHY

Gorana Baršić was born on 18 of July 1977 in Zagreb. After completion of the Secondary School in 1995 she enrolled on Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture (FSB) in Zagreb. She graduated Production Engineering in July 2001. She enrolled Postgraduate study at the Department of Industrial Engineering and Management in academic year 2001/02.

From 1th of November 2001 she's been working as a research assistant at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture in Zagreb, Quality Department, Chair of Metrology and Control.

She is active in scientific research and in conducting professional seminars in the field of measuring surface roughness. These seminars are organized by the Laboratory for precise measurement of length (LFSB) at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, Zagreb. She has published 18 scientific papers.

2002 she attends training "Structure of laboratory according to ISO/IEC 17025:2000, DZNM – CTT". In the same year she was appointed as quality manager of the Laboratory for precise measurement of length.

During the year 2002 she stayed two weeks in the Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) for the purpose of professional training. Within EURAMET Project 1012 "Limitations of methods for measuring the depth of the groove" during the period from year 2008 till 2010 on several occasions she visited the National Metrology Institutes of Italy and Egypt.

Since 2001 she is actively involved in lecturing courses of the Department of Metrology and Control. She is a member of the Croatian Metrology Society and Croatian Society for Quality.

She is married and has two children.

She is fluent in English and uses Italian.