

УДК 620.3(03):006(03)

С.И.Липинский<sup>1</sup>, О.И.Чуркина<sup>1,а</sup>

<sup>1</sup>Казахская академия транспорта и коммуникаций им.М. Тынышпаева, Алматы, Казахстан,  
<sup>а</sup>olga.churkina.54@mail.ru

## АНАЛИЗ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЛИНЕЙНЫХ ПАРАМЕТРОВ НАНООБЪЕКТОВ В НАНОМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНЕ

**Аннотация.** В работе проведен анализ основных составляющих метрологического обеспечения измерений линейных параметров нанообъектов в нанометровом диапазоне: правовой, технической и организационной.

**Abstract.** The analysis of the main components of metrological support of measurements of linear parameters of nanoobjects in the nanometer range: legal, technical and organizational.

**Аңдатпа.** Құқықтық, техникалық және ұйымдастырушылық: нанометрлік диапазонда нано-желілік объектілерді параметрлерін өлшеу, метрологиялық қамтамасыз ету, негізгі компоненттерін талдау.

**Ключевые слова:** нанообъект, нанометровый диапазон, метрологическое обеспечение, эталон сравнения - мера, метрологический атомно-силовой микроскоп, поверка, калибровка

**Түйінді сөздер:** нанометрлік ауқым, нанометрлік диапазон, метрологиялық қамтамасыз ету, өлшемді салыстыру эталоны, метрологиялық атом-күш микроскопы, чек және калибрлеу

**Keywords:** nanoobject, nanometer range, metrological assurance, reference standard - measure, metrological atomic force microscope, verification, calibration

В решении главной задачи метрологии - обеспечении единства измерений, то есть достижении такого состояния измерительной инфраструктуры, при котором результаты измерений выражены в узаконенных единицах и погрешности (неопределённости) измерений известны с заданной вероятностью, нанометрология опирается на меры, стандартные образцы состава, структуры, размера, свойств для обеспечения практически каждой единицы оборудования необходимым набором средств, воспроизводящих нужную шкалу, позволяющих осуществлять калибровку средств измерений, в том числе непосредственно в самом процессе измерений, позволяющих контролировать результаты каждого измерения и обеспечивающих их прослеживаемость к эталону соответствующей величины [1-5].

В настоящей работе проводится анализ современного состояния обеспечения единства измерений в нанометровом диапазоне, включая инструменты проведения измерений, систему эталонов, методологию поверки и калибровки средств измерений, выявлены проблемы и тенденции дальнейшего развития данного направления в нанотехнологиях.

Развитие нанотехнологии, широкое внедрение ее достижений в науку, технику, производство, обеспечение качества продукции немислимы без опережающего развития методов и средств измерений.

В области метрологического обеспечения nanoиндустрии точные, до-стоверные и прослеживаемые измерения являются основой обеспечения успешного и безопасного развития нанотехнологий, а также доказательной базой для оценки и подтверждения соответствия продукции nanoиндустрии.

Из определения нанотехнологий следует первоочередность измерений линейных параметров объекта, что обуславливает необходимость обеспечения единства измерений в нанометровом диапазоне.

Специфика нанотехнологий привела к развитию нового направления – нанометрологии, с которой связаны все теоретические и практические аспекты метрологического обеспечения единства измерений на наноразмерном уровне, а именно:

- эталоны физических величин и эталонные установки, а также стандартные образцы состава, структуры и свойств для обеспечения передачи размера единиц физических величин в нанодиапазоне;
- аттестованные или стандартизованные методики измерений физико-химических параметров и свойств объектов нанотехнологий, а также методики калибровки (поверки) самих применяемых средств измерений;
- метрологическое сопровождение технологических процессов производства материалов, структур, объектов и иной продукции нанотехнологий.

Особую задачу представляют передача измерительной информации с наноустройств и ее обработка, обеспечение достоверности и метрологической надежности измерений, выполняемых при этом.

В этой связи важной задачей является разработка высокочувствительных методов и прецизионных средств измерений малых длин в микро- и нанометровом диапазонах.

Основным инструментом для наблюдения и измерений (качественной и количественной оценки) сверхмалых объектов являются микроскопы, использующие различные физические принципы и средства воздействия на объект: световые потоки, электронные и ионные пучки, акустоэлектронные взаимодействия, рентгеновские лучи, туннельные потоки носителей заряда, силовые поля на сверхмалых расстояниях и т.п.

В настоящее время в промышленности для измерений длины в нанометровом диапазоне, обеспечивающих достижение предельных возможностей измерений используется значительный парк приборов, основанных на таких физических принципах, как лазерная интерферометрия, фазометрия, растровая электронная и оптическая микроскопия, сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ).

К последним относят сканирующие электронные микроскопы (СЭМ), просвечивающие электронные микроскопы (ПЭМ), сканирующие туннельные микроскопы (СТМ), атомно-силовые микроскопы (АСМ), микроскопы ближнего поля и ряд других приборов обеспечивающих наивысшее разрешение по измеряемым физическим величинам при нанометровых размерах исследуемого объекта.

К настоящему времени в результате накопления опыта исследования различных наноструктур появилось понимание о недостаточности существующей приборной базы для решения задач обеспечения единства измерений параметров наноструктур. Возникла необходимость значительно повысить точность измерений и увеличить количество измеряемых параметров.

Изучение проблемы аппаратного обеспечения наноизмерений ведущих метрологических центров мира позволило сформулировать ряд принципов, которые должны быть положены в основу создания измерительно-технологического комплекса для обеспечения единства измерений параметров наноструктурированных объектов и материалов:

- повышение точности измерений эталонных установок за счет снижения воздействий внешних шумовых полей на прибор путем экранирования внешних полей и стабилизации параметров окружающей среды;
- повышение точности измерения параметров нанообъектов за счет снижения воздействия окружающей среды на нанообъект путем его транспорта в вакууме и снижения времени между созданием нанообъекта и регистрацией его параметров;
- получение информации о свойствах наноструктурированных материалов путем одновременного проведения комбинированных измерений, основанных на разных физических принципах, а также оказания различных видов воздействий в процессе проведения измерений;

- для исследования новых свойств наноструктурированных материалов, а также моделирования и создания различных стандартных образцов свойств, состава и структуры в комплекс должны входить установки, позволяющие проводить оперативное изготовление таких образцов.

Обеспечение единства измерений физико-химических параметров и свойств объекта требует привязки средства измерений к эталону, воспроизводящему единицу данной физической величины (например, проводимости - к эталонному сопротивлению), а в нанотехнологиях в большинстве случаев - еще и к базисному эталону единицы длины.

Уникальность базисного эталона единицы длины состоит в том, что диапазон измерений длины от единиц нанометров до сотен микрометров перекрывает более пяти порядков значений измеряемой величины при точности во всем диапазоне в десятые доли нанометра.

Безусловно, важнейший этап в решении задач метрологического обеспечения линейных измерений в нанометровом диапазоне - это создание вещественных носителей размера - мер с программируемым нанорельефом поверхности. Они обеспечивают калибровку средств измерений с наивысшей точностью.

Именно такие трёхмерные меры малой длины (рисунки 1-3), или эталоны сравнения, - материальные носители размера, позволяют осуществлять комплексную калибровку и контроль основных параметров растровых электронных и сканирующих зондовых микроскопов [6-9]. Они предназначены для перевода этих сложных устройств из разряда устройств для визуализации исследуемого объекта в разряд средств измерений. Приборы для измерений линейных размеров объектов исследования обеспечивают привязку измеряемых величин в нанометровой области к первичному эталону единицы длины - метру.

Конструктивно мера, получившая название МШПС-2.0К (мера ширины и периода, специальная, номинальный размер 2,0 микрометра, кремниевая), сформирована на поверхности монокристаллического кремния.

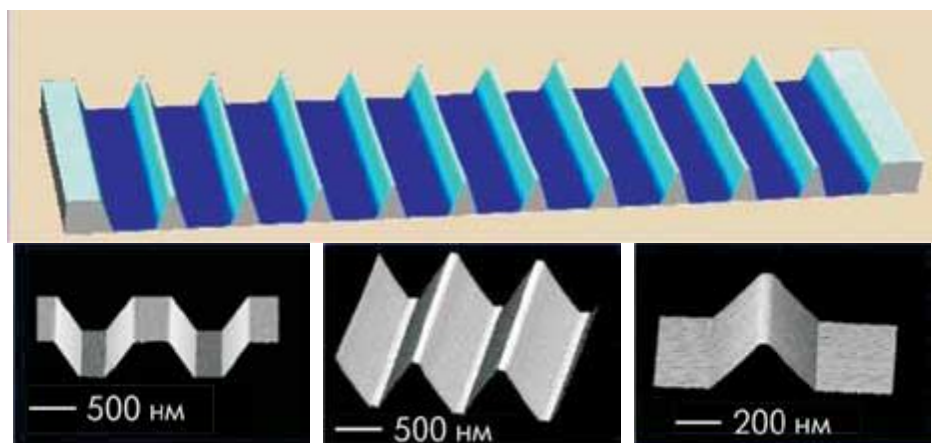


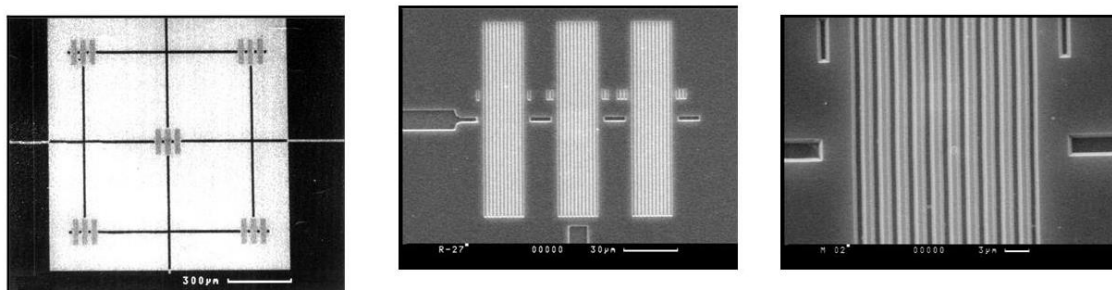
Рисунок 1- Изображение эталона сравнения в атомно-силовом микроскопе АСМ

Например, в России в соответствии с концепцией обеспечения единства измерений длины передача единицы длины от первичного эталона единицы длины в нанометровый диапазон осуществляется эталонной трехмерной лазерной интерферометрической системой измерений наноперемещений.

Эталонная система, созданная на основе атомно-силового микроскопа оригинальной конструкции и лазерных интерферометрических измерителей наноперемещений, предназначена для измерения линейных перемещений по трем координатам и калибровки мер и

стандартных образцов, используемых, в свою очередь, для калибровки измерительных систем потребителей.

Непосредственное измерение наноперемещений в эталонной системе осуществляет ЛИИН - лазерный интерферометрический измеритель наноперемещений [10]. В его конструкции заложена комбинация методов интерферометрии и фазометрии (рисунок 4).



Общий вид меры в РЭМ при разных увеличениях

<u>Номинальные размеры</u>		<u>Погрешность аттестации</u>
▪ Шаг	<b>2000 нм</b>	<b>±1 нм</b>
▪ Ширина линии	<b>10 - 1500 нм</b>	<b>±1 нм</b>
▪ Высота (глубина)	<b>100 - 1500 нм</b>	<b>±1 %</b>

Рисунок 2 - Эталон сравнения - мера

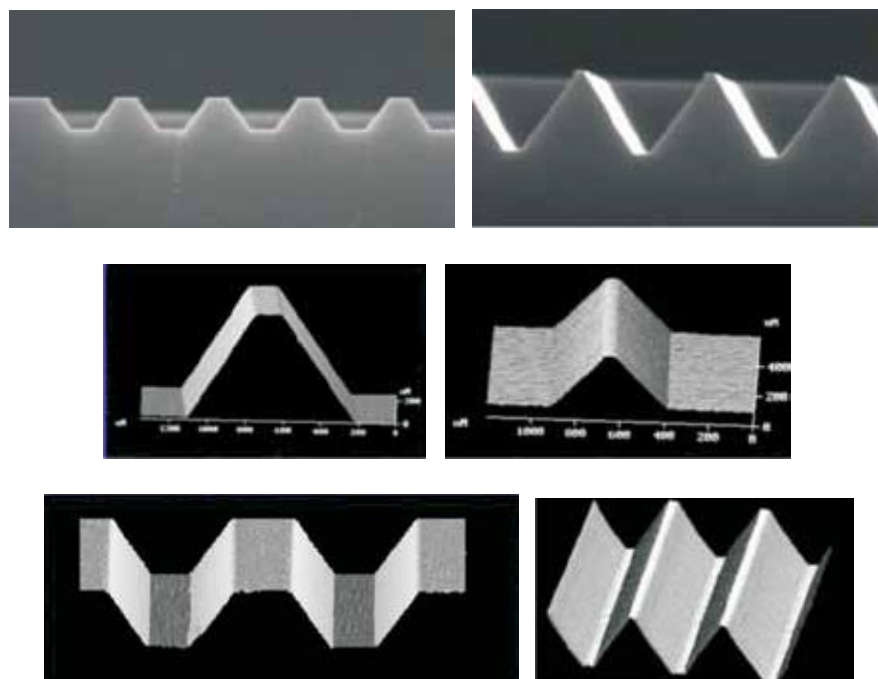


Рисунок 3 - Профиль эталона сравнения - меры

В таблице приведены номинальные размеры эталона сравнения-меры и погрешности аттестации.

Три таких устройства, встроенные в эталонную трехмерную лазерную интерферометрическую систему измерений наноперемещений, выполняют измерения перемещений по трем координатам.

Диапазон области перемещений по осям X и Y составляет 1-3000 нм, по оси Z – 1-1000 нм. Погрешность измерений перемещений по X и Y составляет 0,5 нм, по Z – 0,5-3 нм. Диапазон смещений в области перемещений – 0-100 мм.

Таблица 1 - Номинальные размеры эталона сравнения-меры и погрешности аттестации.

Номинальные размеры		Погрешность аттестации
Шаг	20000 нм	1 нм
Ширина линии	10 - 1500 нм	1 нм
Высота (глубина)	100 - 1500 нм	1%

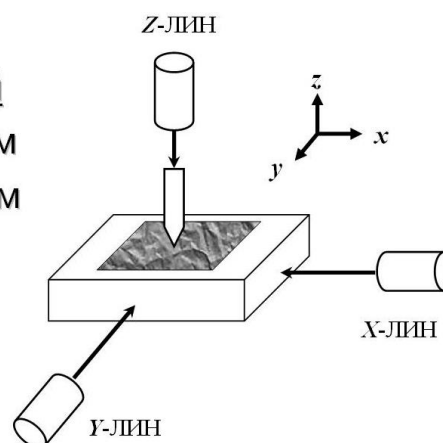
Лазерный интерферометрический измеритель наноперемещений имеет также и самостоятельное назначение. Оно заключается в измерении линейных перемещений в реальном масштабе времени, в том числе, в калибровке систем сканирования и позиционирования в микро- и нанотехнологии, точном машиностроении, микромеханике, робототехнике, растровой электронной и сканирующей зондовой микроскопии. Диапазон измерений перемещений составляет 1 нм-10 мм, дискретность отсчета 0,1 нм. Абсолютная погрешность измерений лежит в диапазоне 0,5-3 нм при максимальном значении скорости перемещения 3 мм/с.

**Диапазон перемещений**

- по X и Y: 1 ÷ 3000 нм
- по Z: 1 ÷ 1000 нм

**Точность измерения**

- по X и Y: 0,5 нм
- по Z: 0,5 нм



**ЛИН - лазерный измеритель наноперемещений**

Рисунок 4- Метрологический атомно-силовой микроскоп

В реальной практике измерения геометрических параметров объектов в нанометровой области проводятся с помощью растровых электронных (РЭМ) и сканирующих зондовых (СЗМ) микроскопов.

РЭМ и СЗМ только тогда могут считаться средствами измерений, когда их параметры соответствующим образом аттестовываются, калибруются и контролируются, причем последнее осуществляется непосредственно в процессе измерений. Культура измерений требует, чтобы любой РЭМ или СЗМ был укомплектован мерами, обеспечивающими калибровку и контроль их параметров [3, 7-8].

Важнейшей задачей метрологического обеспечения линейных измерений в нанометровом диапазоне является создание вещественных носителей размера – мер с программируемым нанорельефом поверхности, обеспечивающих калибровку средств измерений с наивысшей точностью. Именно такие трехмерные меры малой длины, или

эталонны сравнения, – материальные носители размера, позволяющие осуществлять комплексную калибровку и контроль основных параметров РЭМ и СЗМ, предназначены для их перевода из разряда устройств для визуализации исследуемого объекта в разряд приборов для измерений линейных размеров объектов исследования, обеспечивающих привязку измеряемых величин в нанометровой области к первичному эталону единицы длины – метру [3-6]. Мера позволяет по одному ее изображению РЭМ (даже по одному сигналу) выполнить калибровку микроскопа, определить его увеличение, линейность шкал и диаметр электронного зонда [7-10]. При необходимости можно контролировать параметры РЭМ непосредственно в процессе измерений размеров исследуемого объекта, что является дополнительной гарантией их высокого качества.

Мера позволяет легко автоматизировать линейные измерения и создавать на основе РЭМ автоматизированные измерительные комплексы.

В частности, в НИЦПВ создан такой комплекс на основе РЭМ JSM-6460LV для линейных измерений в области размеров от 1 нм до 100 мкм.

Аналогичным образом по заданным параметрам меры проводятся калибровка и контроль [9,10] таких характеристик атомно-силовых микроскопов (АСМ), как цена деления и линейности шкал по всем трем координатам, ортогональность систем сканирования, радиус острия зонда (кантилевера), настройка параметров и выход в рабочий режим.

#### **Заключение и основные выводы:**

1. Исследована концепция специализированного эталона единицы длины нанометрового диапазона как базисного эталона системы обеспечения единства измерений в нанотехнологиях.

2. Приведены методы и средства передачи единицы физической величины в нанометровый диапазон, обеспечивающие прослеживаемость передачи.

3. Рассмотрены стандартизованные методы и средства поверки/калибровки растровых электронных микроскопов и атомно-силовых микроскопов - основных средств линейных измерений в нанодиапазоне.

4. Изучены стандартные методы измерений межплоскостных расстояний в кристаллах, размерных параметров наночастиц и тонких пленок, эффективной высоты шероховатости поверхности в нанодиапазоне.

#### **ЛИТЕРАТУРА**

[1] Тодуа, П. А. Метрология в нанотехнологии // Российские нанотехнологии. Т.2, № 1-2. - М.: Ростехрегулирование, 2007. - С. 61–69.

[2] Метрологическое обеспечение нанотехнологий и продукции nanoиндустрии: учеб. пособие/под ред. В.Н. Крутикова. – М.: Логос, 2011, 592 с.

[3] Окрепилов, В. В. Стандартизация и метрология в нанотехнологиях. – Спб. : Наука, 2008. – 260 с.

[4] Тодуа, П. А. Метрологическое обеспечение, стандартизация и оценка соответствия нанотехнологий и нанопродукции / П. А. Тодуа. – М.: Ростехрегулирование, 2007. – С.227

[5] Мир материалов и технологий. Нанотехнологии, метрология, стандартизация и сертификация в терминах и определениях / под ред. Ковальчука М.В. и Тодуа П.А. - М.: Техносфера, 2009. – С.350

[6] Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В. Л. Миронов. – Н. Новгород, ИФМ РАН, 2004. – С.234

[7] Красовский, П. А. Проблемы метрологического обеспечения измерения параметров наночастиц в технологических средах/П. А. Красовский и др.// Измерительная техника, 2009, № 5. - С. 8-14.

[8] Новиков, Ю. А. Точность измерения линейных размеров на растровых электронных микроскопах / Ю. А. Новиков и др. // Измерительная техника. – 2008, № 6.- С.15-18.

[9] Кононогов, С. А. Исследование измерительных и калибровочных возможностей средств измерений нанометрового диапазона / С. А. Кононогов и др. // Законодательная и прикладная метрология, 2008, № 3.- С. 19–25.

[10] Раков, А. И. Калибровка АСМ по трем координатам с использованием одного аттестованного размера / А. И. Раков и др. // Измерительная техника, 2008, № 5. С. 13 – 15.