

# МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ В НАНОИНДУСТРИИ

Тодуа Павел Андреевич  
Заблоцкий Алексей Васильевич

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

*Московский физико-технический институт, Москва*

[www.nicpv.ru](http://www.nicpv.ru)

НИЦПВ

# План

- 1. Общие вопросы метрологии и стандартизации в нанотехнологиях**
- 2. Метрология в нанотехнологиях**
- 3. Пилотные российские стандарты в области нанотехнологий**
- 4. Заключение**

# План

- 1. Общие вопросы метрологии и стандартизации в нанотехнологиях**
- 2. Метрология в нанотехнологиях**
- 3. Пилотные российские стандарты в области нанотехнологий**
- 4. Заключение**

# **НЕЛЬЗЯ ИЗМЕРИТЬ – НЕВОЗМОЖНО СОЗДАТЬ**

**метрология**

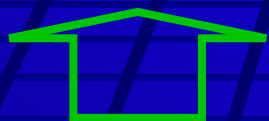
**стандартизация**

**НИЦПВ**

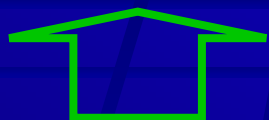
## 1. Метрология в нанотехнологиях → нанометрология:

- ◆ Все теоретические и практические аспекты, связанные с измерениями в нанотехнологии:
  - эталоны единиц физических величин, стандартные образцы состава и свойств для нанотехнологии;
  - методы и средства калибровки параметров средств измерений;
  - метрологическое сопровождение технологических процессов.

Конечная продукция  
(материалы, изделия,  
устройства,...)



Встраивание нанотехнологий  
в процессе создания  
материалов, изделий,  
устройств



Нанотехнологии  
наноструктурированных  
материалов, метаматериалов,  
наночастиц и структур,  
нанопокровов и нанослоёв,...

Метрология  
Стандартизация  
Сертификация  
Испытания

Нанодиагностика  
Нанометрология  
Стандартизация (нано)  
Сертификация (нано)

НИЦПВ

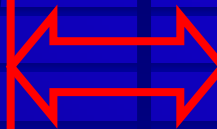
# Обеспечение прослеживаемости



# Разработка стандартных образцов

средства

проблемно-ориентированные исследования особенностей взаимодействия измерительных нанозондов, пучков заряженных частиц, рентгеновского и оптического излучений с наноструктурированными объектами



цели

методы и средства метрологического обеспечения измерений в нанотехнологиях, стандартизованные методики измерений и калибровки, ..., стандартные образцы **состава и свойств, размера и структуры** (reference materials)

НИЦПВ

$$D \sim 5 \text{ нм}$$

$$n \sim 10^{23} \text{ см}^{-3}$$

$$n_{\text{пр}} \sim 10^{20} \text{ см}^{-3}$$

$$n_{\text{пр}}^* \sim 10^{14} \text{ см}^{-3}$$

$$V \sim 10^{-19} \text{ см}^3$$

$$nV \sim 10^4$$

$$n_{\text{пр}}V \sim 10$$

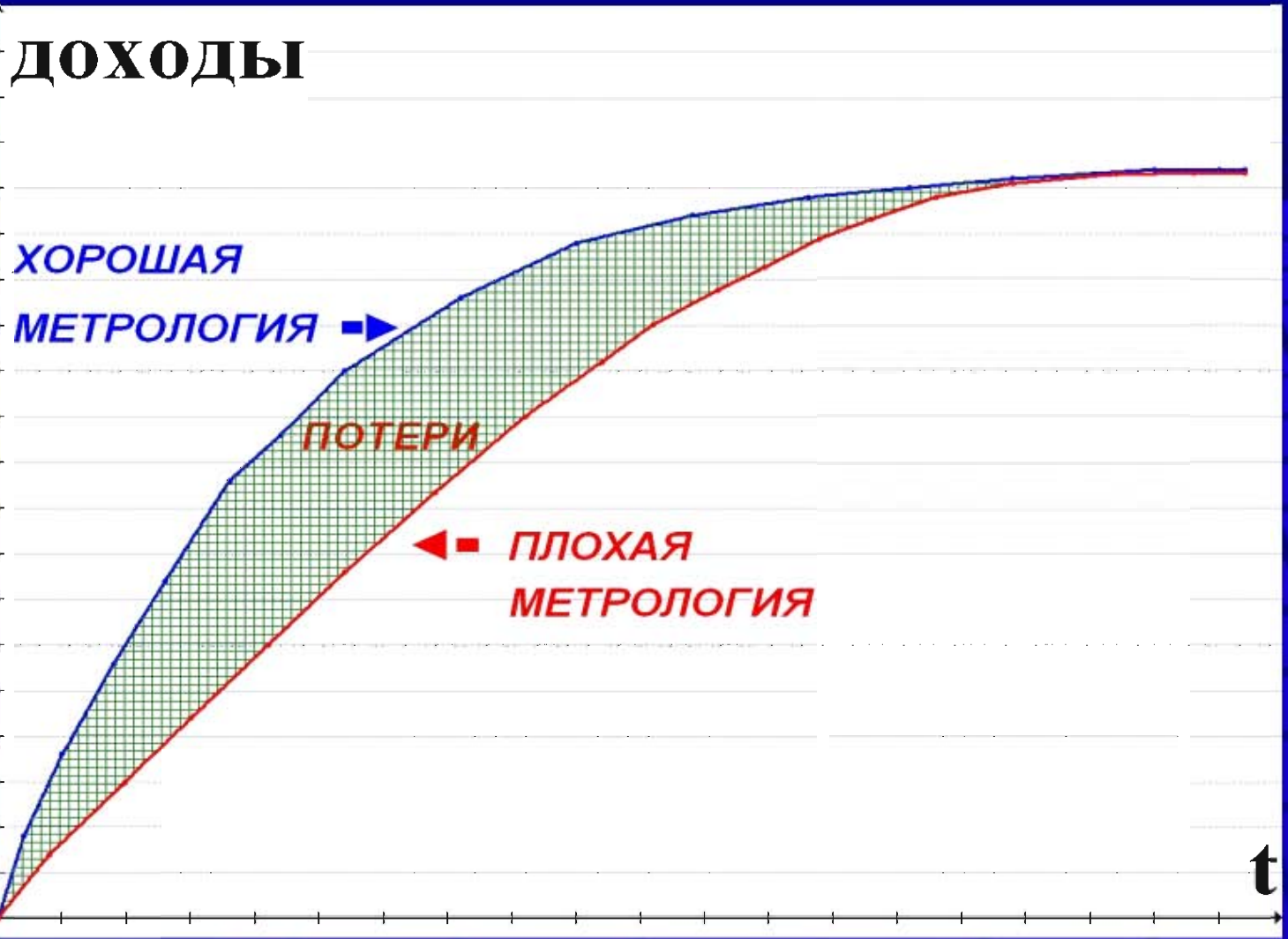
$$n_{\text{пр}}^*V \sim 10^{-5}$$

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

$$\frac{S}{m} = \frac{A}{\rho D}$$

Si,  $\rho \approx 2.33 \text{ г/см}^3$

D	$\frac{S}{m}, \text{см}^2/\text{г}$
1 см	$2,58 \cdot 10^0$
1 мм	$2,58 \cdot 10^1$
1 мкм	$2,58 \cdot 10^4$
1 нм	$2,58 \cdot 10^7$



## 2. Стандартизация в нанотехнологиях:

- стандартизация методов калибровки и измерений, технологических процессов, параметров материалов и объектов нанотехнологии;
- терминология и определения;
- здоровье, безопасность и окружающая среда.

# Область деятельности ИСО/ТК 229:

Стандартизация в области нанотехнологий, включающих в себя:

*- понимание и управление процессами и свойствами материалов в нанометровом диапазоне, как правило, для размеров менее 100 нанометров по одной или более координат, где учет размерных явлений обычно приводит к новым применениям;*

**и/или**

*- использование свойств материалов нанометрового диапазона, которые отличаются от свойств как отдельных атомов и молекул, так и от свойств объемных материалов, для создания более совершенных материалов, приборов и систем, реализующих эти новые свойства.*

НИЦПВ

# План

1. Общие вопросы метрологии и стандартизации в нанотехнологиях
2. Метрология в нанотехнологиях
3. Пилотные российские стандарты в области нанотехнологий
4. Заключение

# Метрологическая и нормативно-методическая база обеспечения единства измерений в нанотехнологиях



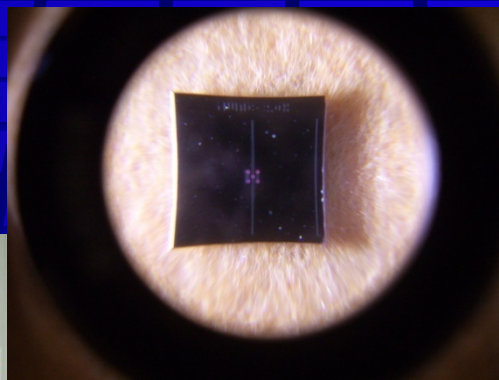
НИЦПВ

# Измерение геометрических параметров объектов нанотехнологий

Растровый  
электронный  
микроскоп



Эталон сравнения

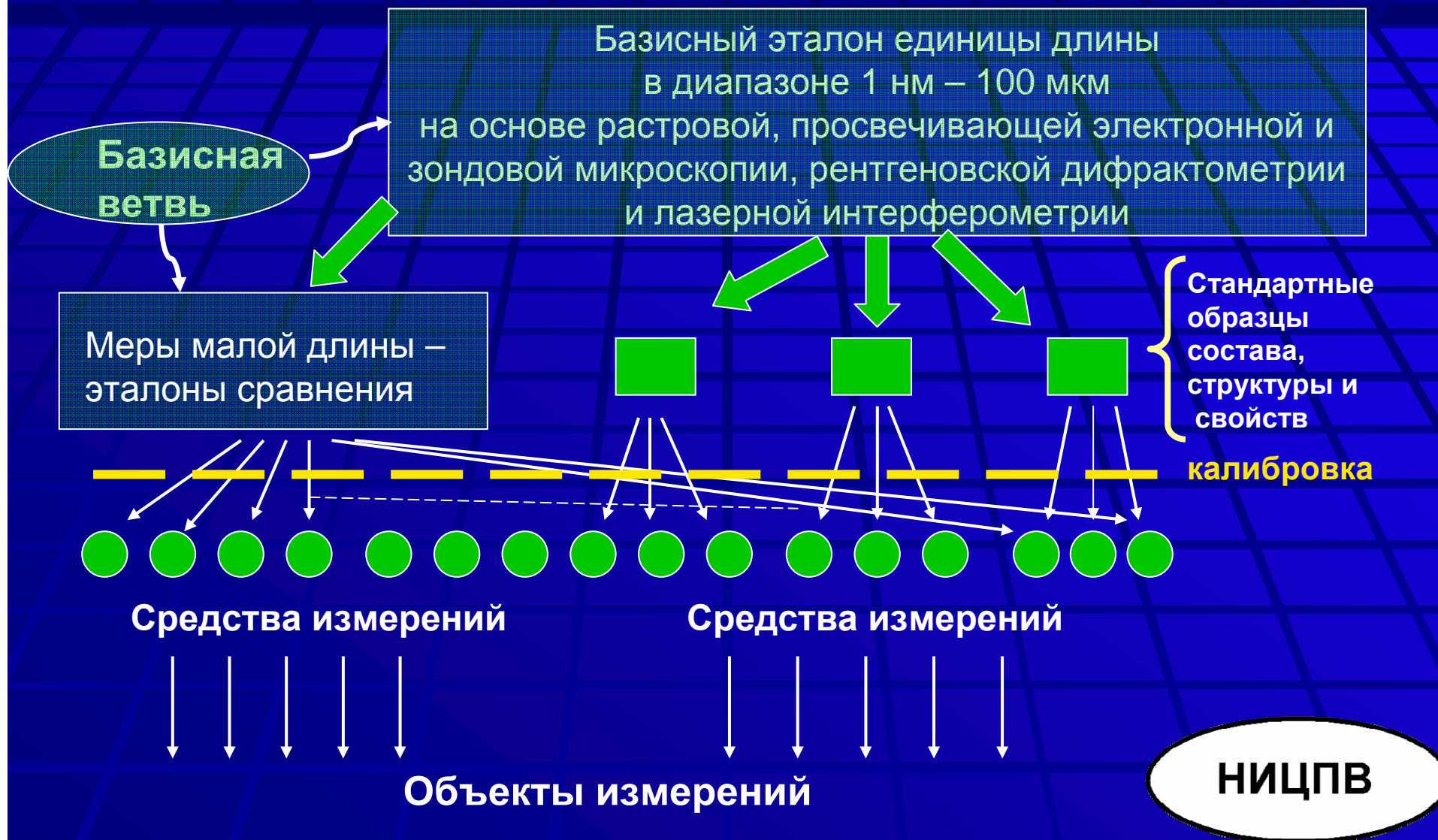


Сканирующий  
зондовый  
микроскоп



НИЦПВ

# Ближайшая перспектива широкомасштабной схемы метрологического и стандартизационного обеспечения нанотехнологий



# Почему эталон единицы длины в нанотехнологии – базисный?

1. Первоочередная задача метрологии в нанотехнологии – определение геометрических параметров объекта, метрология линейных измерений.
2. Измерения механических, электрических, магнитных и многих других свойств объекта требуют прецизионного пространственного позиционирования зонда измерительного устройства в требуемое место с эталонной точностью по координатам.

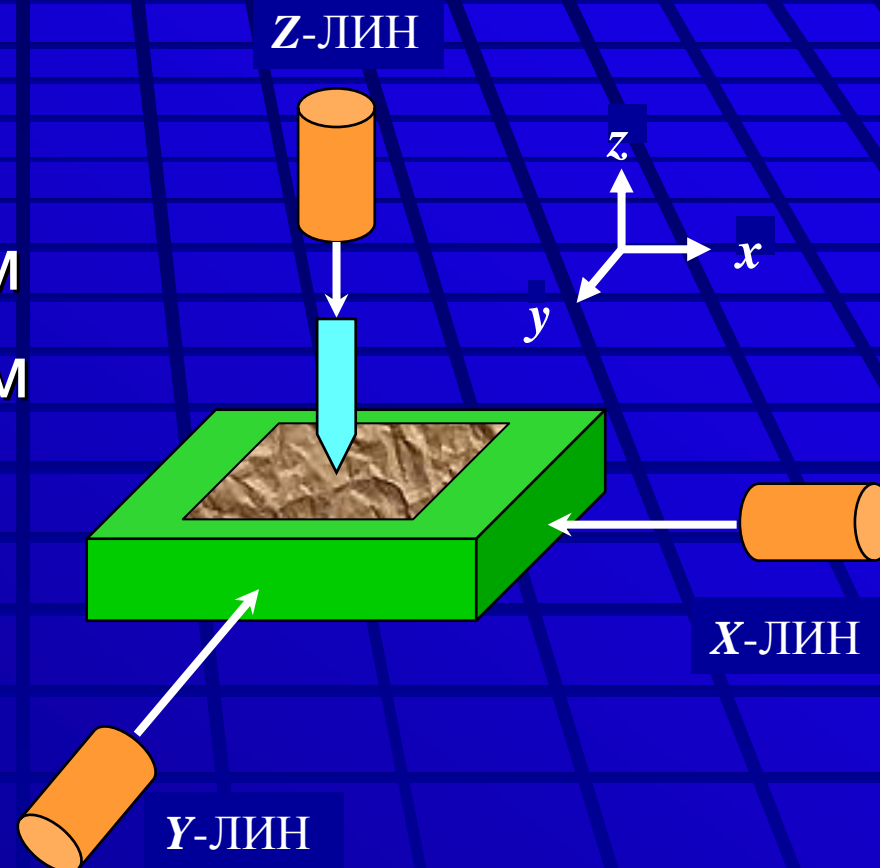
# Базисный эталон единицы длины в диапазоне 1 нм – 100 мкм на основе растровой, просвечивающей электронной и зондовой микроскопии и лазерной интерферометрии

## 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

НИЦПВ

# Лазерный измеритель наноперемещений

## Назначение

- измерение линейных перемещений
- калибровка систем сканирования и позиционирования



- Диапазон измерения перемещений 1 нм ÷ 10 мм
- Дискретность отсчета 0,1 нм
- Абсолютная погрешность измерений 0,5 ÷ 3 нм
- Максимальное значение измеряемой скорости перемещения 3 мм/с

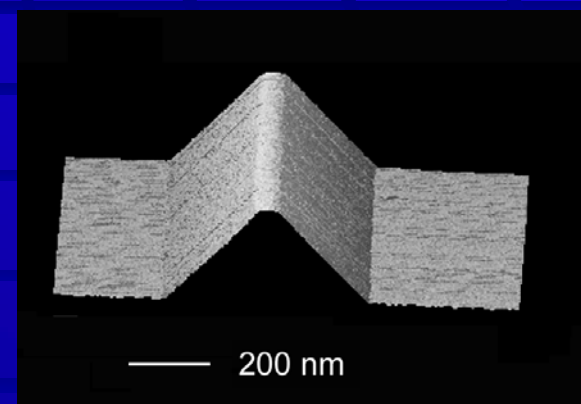
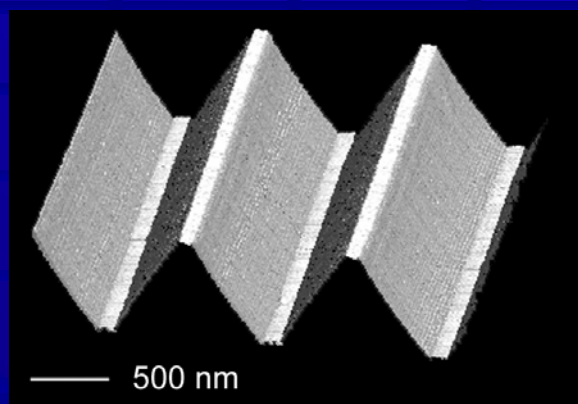
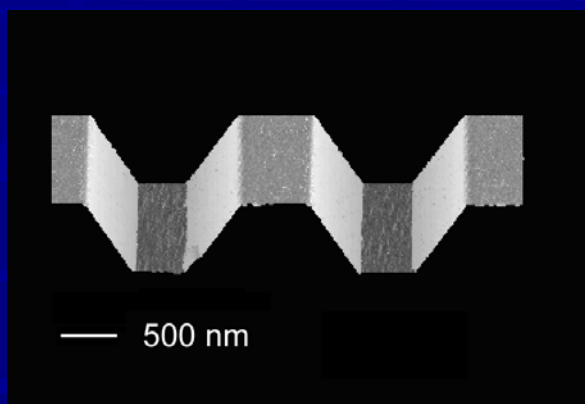
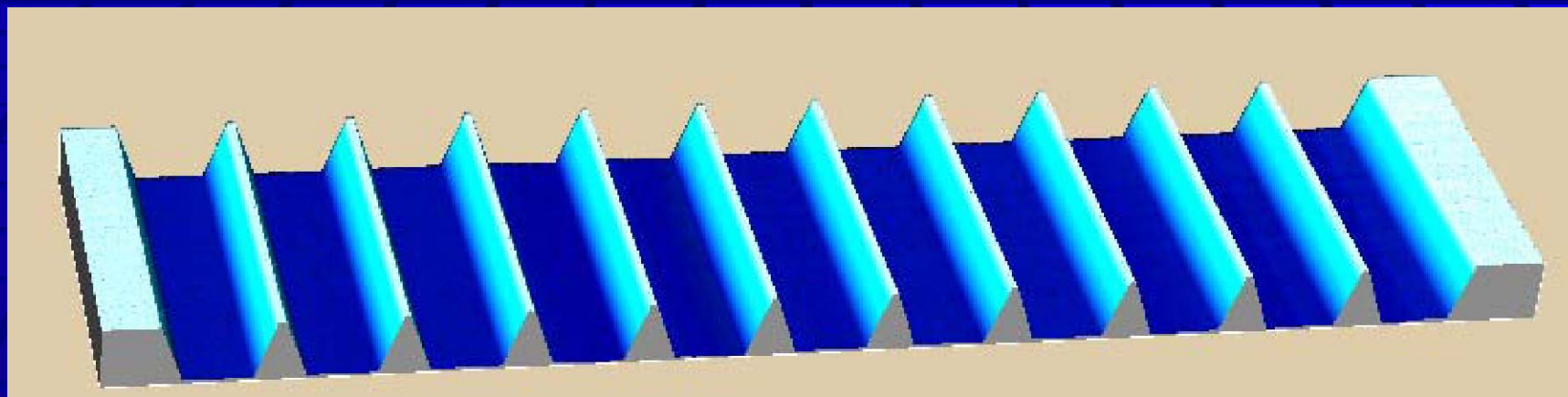
НИЦПВ

# Эталон сравнения

3-х мерная шаговая линейная мера, обеспечивающая калибровку и поверку измерительных систем по 3-м координатам в диапазоне линейных размеров от 1 нм до 100 мкм и более.

- **Калибровка РЭМ:** увеличение, диаметр зонда, линейность сканирования в  $(X, Y)$ -плоскости.
- **Калибровка АСМ:** цена деления по  $X$ -,  $Y$ -,  $Z$ -координатам, радиус острия кантилевера, ортогональность и линейность сканирования по всем осям.

# Изображение эталона сравнения в атомно-силовом микроскопе

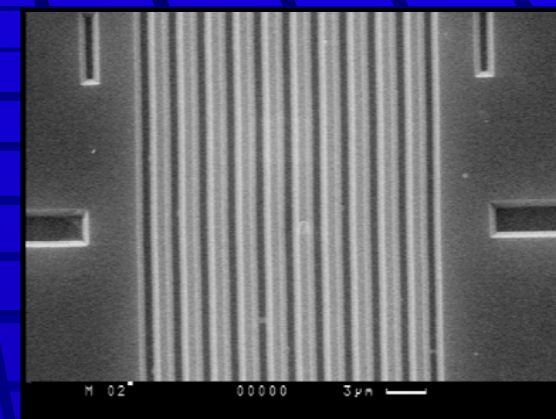
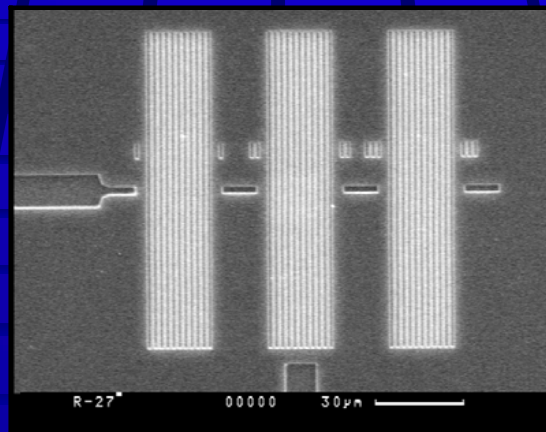
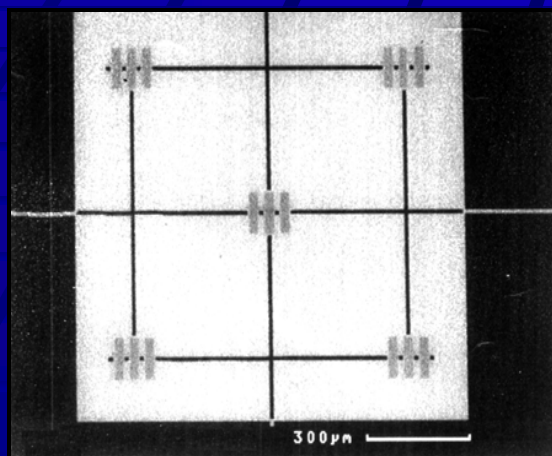


ИИЭТБ

# Эталон сравнения – линейная мера

Носитель размера – длина волны стабилизированного *He-Ne* лазера

Метод Аттестации - Интерферометрический



Общий вид меры в РЭМ при разных увеличениях

## Номинальные размеры

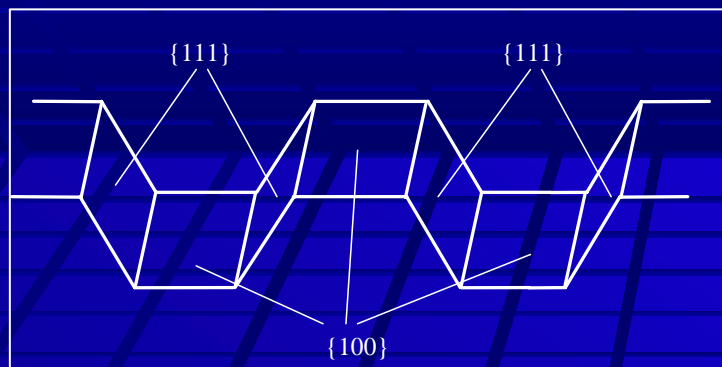
- Шаг 2000 нм
- Ширина линии 10 - 1500 нм
- Высота (глубина) 100 - 1500 нм

## Погрешность аттестации

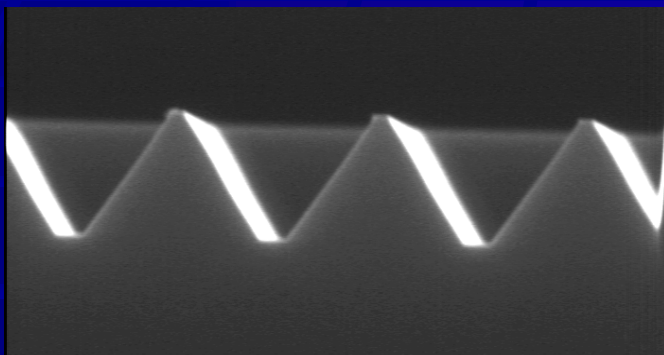
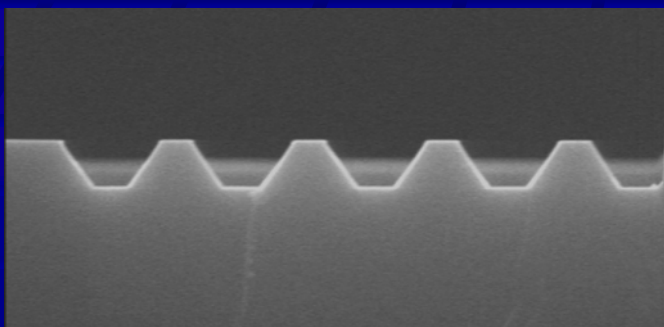
- ±1 нм
- ±1 нм
- ±1 %

НИЦПВ

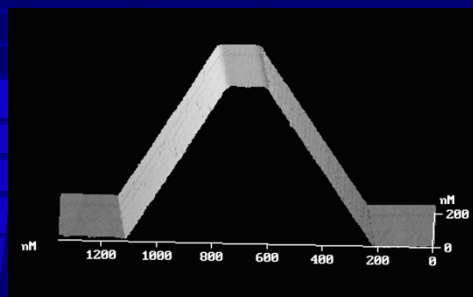
# Профиль эталона сравнения



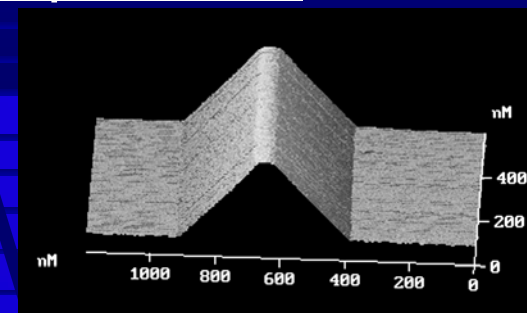
РЭМ изображения сколов



АСМ изображения

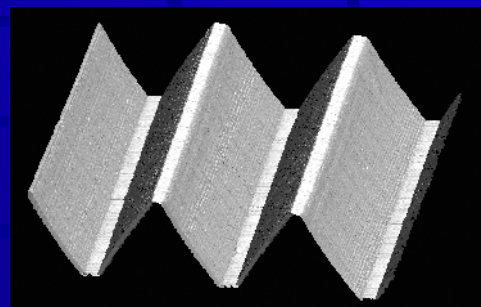
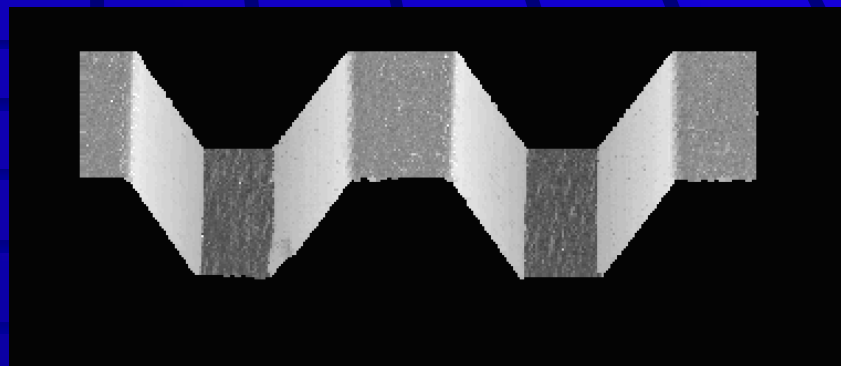


80 нм



30 нм

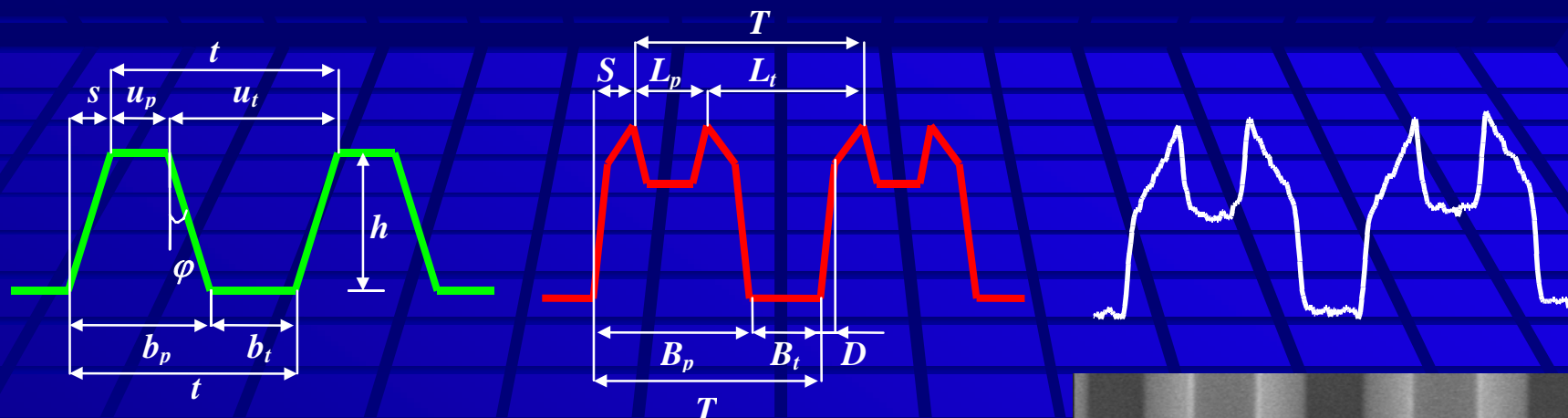
Ширина верхнего основания выступа



НИЦПВ

# Эталон сравнения

## Калибровка РЭМ по 1 изображению



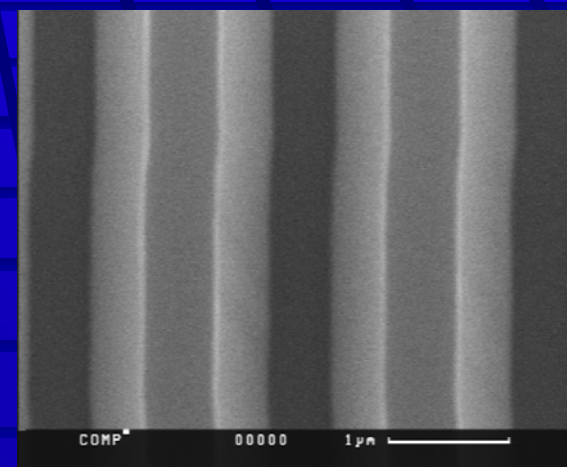
$$d \ll s = htg\phi \quad (s \geq 1.5d)$$

Определение увеличения

$$M = T/t = S/s$$

Определение диаметра зонда

$$d = D/M = D(t/T)$$

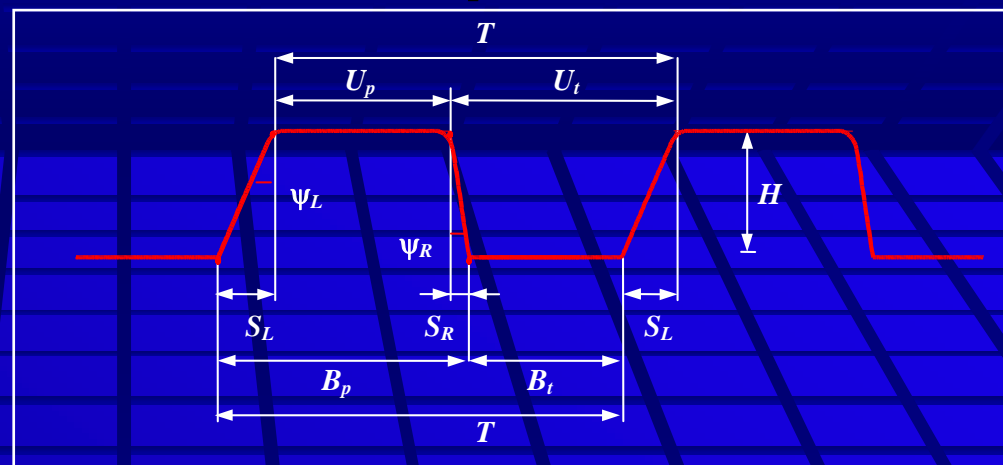
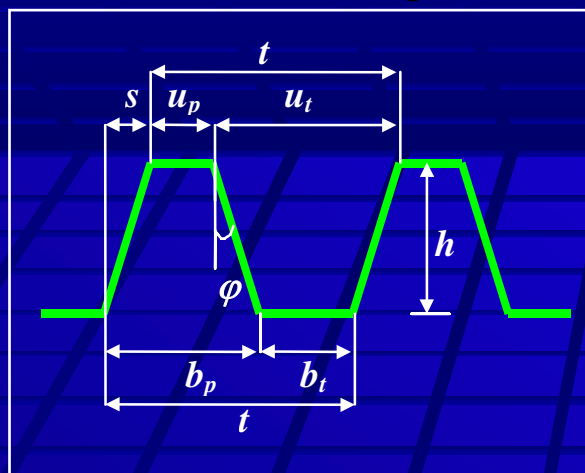


**Время калибровки:  
менее 5 минут**

**НИЦПВ**

# Эталон сравнения

## Калибровка АСМ по 1 изображению



### Цена деления шкал АСМ

$$m_x = t/T \quad m_z = h/H$$

	$S_L \neq S_R$
$S_L + S_R > 2s/m_x$	наклон острия кантилевера
$S_L + S_R = 2s/m_x$	неортогональность Z-сканера

### Неортогональность Z-сканера

$$Z_x = \frac{m_x}{m_z} \frac{S_L - S_R}{2H}$$

### Радиус острия кантилевера

$$Q(\varphi) = 2 \left( \frac{1 - \sin \varphi}{\cos \varphi} \right) = \sqrt{6} - \sqrt{2} = 1,0353$$

$$r = \frac{m_x U_p - u_p}{Q(\varphi)} = \frac{m_x B_p - b_p}{Q(\varphi)} = \frac{u_t - m_x U_t}{Q(\varphi)} = \frac{b_t - m_x B_t}{Q(\varphi)}$$

НИЦПВ

# Прослеживаемость передачи размера единицы физической величины

Реализация пути иерархической передачи размера единицы, основанная на использовании эталонов сравнения, методов и средств измерений, обеспечивающая абсолютную привязку результатов конкретного измерения к национальному эталону данной физической величины

*Использование эталонов сравнения – мер малой длины, обеспечивает привязку линейных измерений, выполняемых в нанометровом диапазоне, к национальному эталону метра*

# План

1. Общие вопросы метрологии и стандартизации в нанотехнологиях
2. Метрология в нанотехнологиях
3. **Пилотные российские стандарты в области нанотехнологий**
4. Заключение

# Пилотные российские стандарты в области нанотехнологий

*Введены в действие*

1. **ГОСТ Р 8.628-2007.** Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления.
2. **ГОСТ Р 8.629-2007.** Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика поверки.
3. **ГОСТ Р 8.630-2007.** Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые измерительные. Методика поверки.
4. **ГОСТ Р 8.631-2007.** Микроскопы электронные растровые измерительные. Методика поверки.
5. **ГОСТ Р 8.635-2007.** Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые. Методика калибровки.
6. **ГОСТ Р 8.636-2007.** Микроскопы электронные растровые. Методика калибровки.

НИЦПВ

7. **ГОСТ Р 8.644-2008.** ГСИ. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика калибровки.

8. **ГОСТ Р 8.696-2010.** ГСИ. Межплоскостные расстояния в кристаллах и распределение интенсивностей в дифракционных картинах. Методика выполнения измерений с помощью электронного дифрактометра.

9. **ГОСТ Р 8.697-2010.** ГСИ. Межплоскостные расстояния в кристаллах. Методика выполнения измерений с помощью просвечивающего электронного микроскопа.

10. **ГОСТ Р 8.698-2010.** ГСИ. Размерные параметры наночастиц и тонких пленок. Методика выполнения измерений с помощью малоуглового рентгеновского дифрактометра.

11. **ГОСТ Р 8.700-2010.** ГСИ. Методика измерений эффективной высоты шероховатости поверхности с помощью saniрующего зондового атомно-силового микроскопа.

*Проходит процедуру утверждения*

12. **ГОСТ Р** ГСИ. Нанотехнологии. Термины и определения.

НИЦПВ

*Утверждены*

## **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ (СНГ)**

13. **ГОСТ 8.591-2009** ГСИ. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика поверки.

14. **ГОСТ 8.592-2009** ГСИ. Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления.

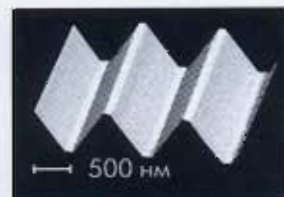
15. **ГОСТ 8.593-2009** ГСИ. Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые. Методика поверки.

16. **ГОСТ 8.593-2009** ГСИ. Микроскопы электронные растровые. Методика калибровки.

**НИЦПВ**

# М материалов и технологий Р

НАНОТЕХНОЛОГИИ,  
МЕТРОЛОГИЯ,  
СТАНДАРТИЗАЦИЯ  
И СЕРТИФИКАЦИЯ  
В ТЕРМИНАХ  
И ОПРЕДЕЛЕНИЯХ



НИЦПВ

# План

1. Общие вопросы метрологии и стандартизации в нанотехнологиях
2. Метрология в нанотехнологиях
3. Пилотные российские стандарты в области нанотехнологий
4. **Заключение**

# Заключение

- Создана концепция специализированного эталона единицы длины нанометрового диапазона как базисного эталона системы обеспечения единства измерений в нанотехнологиях.
  - Разработаны методы и средства передачи размера единицы физической величины в нанометровый диапазон, обеспечивающие прослеживаемость передачи.
  - Разработаны и стандартизованы методы и средства поверки/калибровки растровых электронных микроскопов и атомно-силовых микроскопов – основных средств линейных измерений в нанодиапазоне.
4. Разработаны стандартные методы измерений межплоскостных расстояний в кристаллах, размерных параметров наночастиц и тонких пленок, эффективной высоты шероховатости поверхности в нанодиапазоне.
  5. Вступила в действие первая очередь российских стандартов в области нанотехнологий (10). Прошла процедуру утверждения вторая очередь – 4 межгосударственных (СНГ) стандарта и 1 национальный. Проходит процедуру утверждения Национальный стандарт «Нанотехнологии. Термины и определения» .

НИЦПВ

**Автор выражает глубокую признательность коллегам  
за совместную работу**

**профессору В.П. Гавриленко**

**профессору Ю.А. Новикову**

**профессору А.В. Ракову**

**профессору М.Н. Филиппову**

**Коллегам из РНЦ « Курчатовский институт,  
Институт кристаллографии РАН,  
НИЦПВ, МФТИ.**

**НИЦПВ**

*Спасибо за  
внимание*

НИЦПВ