

ИНФОРМАЦИЯ

О работах, проведенных в рамках выполненной программы «Создание эталонов единицы длины нового поколения в диапазоне 10^{-9} ÷ 10^{-4} м на 2013-2015 годы» в период январь 2013 г. по апрель 2014 г.

«ВНИИМС»

I. Тема: «Совершенствование Государственного специального первичного эталона единицы длины в области измерений параметров шероховатости R_{\max} , R_z , R_a (ГЭТ 113-2010) в диапазоне 10^{-6} ÷ 10^{-9} м».

В части совершенствования эталонной базы в области измерений геометрических величин проводились работы по совершенствованию государственного первичного специального эталона единицы длины в области измерений параметров шероховатости R_{\max} , R_z , и R_a ГЭТ 113-2010 в диапазоне длин от 1 нм до 1000 нм.

В 2013 году в рамках данной НИР проведены следующие работы:

- исследованы метрологические характеристики макета эталонной установки на базе лазерного интерференционного микроскопа для проведения измерений геометрических параметров шероховатости поверхности в нанометровом диапазоне с использованием метода фазовых шагов;
- разработан и аттестован комплекс эталонных мер шероховатости (в т.ч. динамических) в диапазоне от 1 нм до 1000 нм для передачи единицы длины от первичного эталона к рабочим эталонам и рабочим средствам измерений;
- проведены теоретические и экспериментальные исследования метрологических характеристик и аттестация эталонной установки на базе сканирующего зондового микроскопа в диапазоне длин от 1 нм до 1000 нм в составе совершенствуемого эталона.

В части совершенствования программно-аппаратного макета ГПСЭ длины в области измерений параметров шероховатости R_{\max} , R_z и R_a ГЭТ 113-2010, основанного на методе фазовых шагов, были выполнены следующие работы:

- проведены теоретические и экспериментальные исследования метода фазовых шагов в целях адаптации его для автоматического получения и обработки интерферограмм при измерении параметров рельефа и шероховатости поверхностей в нанометровом диапазоне методами интерферометрии высокого разрешения. Макет эталонной установки на базе метода фазовых шагов представлен на рис.1.



Рис.1 Макет эталонной установки на базе метода фазовых шагов

Показано, что метрологические характеристики макета эталонной установки на базе лазерного интерференционного микроскопа для проведения измерений геометрических параметров шероховатости поверхности в нанометровом диапазоне с использованием метода

фазовых шагов обеспечивают измерения параметров шероховатости с регулярным профилем с неопределенностью от $0,3 \cdot 10^{-9}$ м до $5 \cdot 10^{-9}$ м в диапазоне длин от 1 нм до 25 нм.

В рамках технологического цикла разработки и эксплуатации мер шероховатости нанометрового диапазона для обеспечения единства измерений на его этапах:

→ разработка типа мер → лабораторные исследования → испытания в целях утверждения типа → разработка (научно-обоснованный выбор из типовых) эталонных мер → аттестация эталонных мер → включение их в систему обеспечения единства измерений, в рамках НИР выполнялась разработка и аттестация комплекса *эталонных* мер шероховатости (в т.ч. динамических) в диапазоне от 1 нм до 1000 нм для передачи единицы длины от первичного эталона к рабочим эталонам и рабочим средствам измерений (СИ).

В ходе выполнения теоретических и экспериментальных исследований:

- сформулированы требования к средствам передачи единицы длины в области измерений параметров шероховатости в диапазоне от 1 нм до 1000 нм;
- определена номенклатура разрабатываемых эталонных мер;
- осуществлены метрологические обоснования выбора мер. Комплекс разработанных мер для передачи единицы длины в области измерений шероховатости в диапазоне от 1 нм до 1000 нм представлен на рис.2.



Рис.2. Комплекс разработанных мер для передачи единицы длины в области измерений шероховатости в диапазоне от 1 нм до 1000 нм.

Показано, что аттестованный комплекс эталонных мер обеспечивает передачу единицы длины в области измерений шероховатости в диапазоне от 1 нм до 1000 нм с неопределенностью от 0,5 нм до 200 нм.

В рамках выполнения НИР также были проведены исследования метрологических характеристик и аттестация эталонной установки на базе сканирующего зондового микроскопа в составе совершенствуемого эталона ГЭТ 113-2010. Исследования проводились с помощью эталонных мер высоты и периода серии TGZ на соответствие эталонной установки на базе СЗМ «Наноскан 3D» продекларированным в ТЗ на неё метрологическим характеристикам. Макет эталонной установки на базе метрологического СЗМ представлен на рис.3.

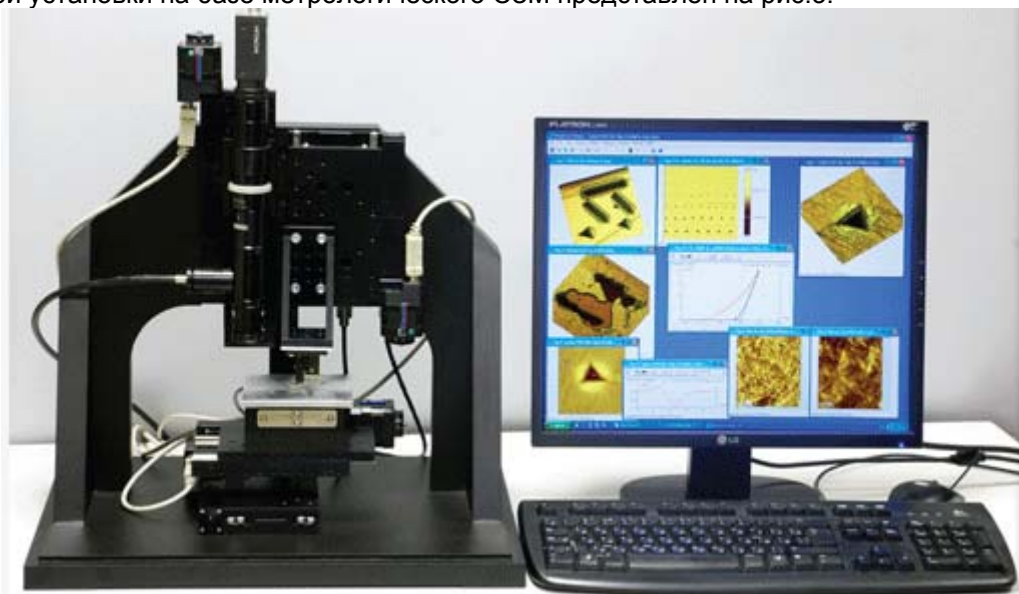


Рис.3. Макет эталонной установки на базе метрологического СЗМ

В результате исследований выявлено, что указанная эталонная установка имеет метрологические характеристики, обеспечивающие воспроизведение и передачу единицы длины в области

измерений параметров шероховатости нерегулярной поверхности в диапазоне от 1 нм до 1000 нм с неопределенностью от 0,25 нм до 100 нм. По результатам исследований указанная установка в составе ГЭТ 113-2010 была аттестована, как эталонная.

II. Тема: «Разработка и аттестация комплекса эталонных мер шероховатости (в т.ч. динамических) в диапазоне от 1 нм до 1000 нм для передачи единицы длины от первичного эталона к рабочим эталонам и рабочим средствам измерений».

В рамках данной темы выполнена разработка и аттестация комплекса эталонных мер шероховатости (в т.ч. динамических) в диапазоне от 1 нм до 1000 нм для передачи единицы длины от первичного эталона к рабочим эталонам и рабочим средствам измерений.

В рассматриваемом диапазоне от 1 до 1000 нм изготовлены три меры, имеющие разные номинальные высоты основного элемента - ступеньки.

А) Эталонная мера рельефная высоты ступеньки с номиналом 1,8 нм.

Первая эталонная мера (А) высоты представляет собой средство измерений, предназначенное для калибровки интерференционных оптических микроскопов, сканирующих зондовых микроскопов, применяемых для измерения малых расстояний в диапазоне (0,01÷150) мкм.

Эталонная мера имеет следующие основные технические характеристики:

- номинальное значение высоты ступеньки	1,8 нм
- площадь ступеньки	1 x 2,5 мм
- форма ступеньки	прямоугольная
- площадь рабочей зоны	1 см

Внешний вид эталонной меры типа А представлен на рисунке 4.

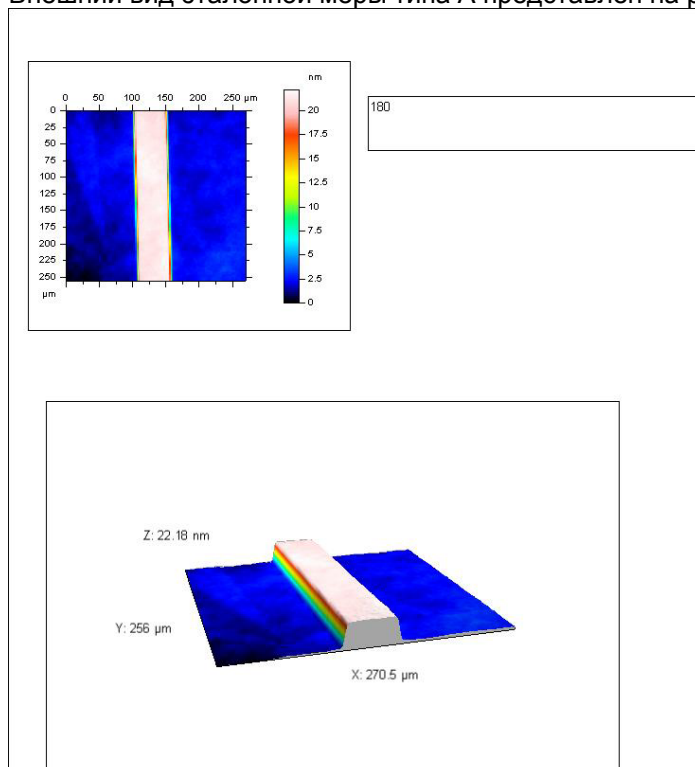


Рисунок 4 – Внешний вид эталонной меры типа А с номиналом 1,8 нм.

В) Эталонная мера рельефная высоты ступеньки с номиналом 180 нм.

Эталонная мера (В) высоты представляет собой средство измерений, предназначенное для калибровки интерференционных оптических микроскопов, сканирующих зондовых микроскопов, применяемых для измерения малых расстояний в диапазоне (0,001÷1) мкм.

Эталонная мера (В) имеет следующие основные технические характеристики:

- номинальное значение высоты ступеньки	180 нм
- расширенная неопределённость аттестованного значения высоты ступеньки	0,8 нм

- площадь ступеньки	100x750мкм ²
- форма ступеньки	прямоугольный выступ
- площадь рабочей зоны	10x10 мм ²
- габариты меры	25x25x3мм ³

Внешний вид эталонной меры типа В представлен на рисунке 5.

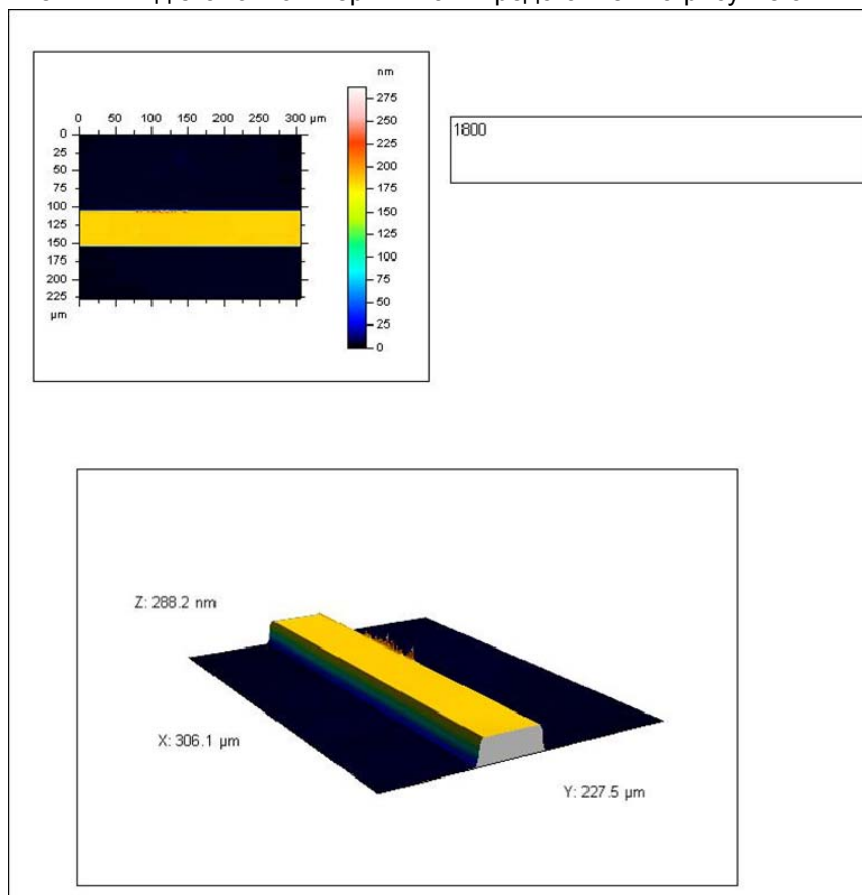


Рисунок 5 – Внешний вид эталонной меры типа В с номиналом 180 нм.

С) Эталонная мера рельефная высоты ступеньки с номиналом 1800 нм.

Третья эталонная мера (С) высоты представляет собой средство измерений, предназначенное для калибровки интерференционных оптических микроскопов, сканирующих зондовых микроскопов, применяемых для измерения малых расстояний в диапазоне (0,01÷10) мкм.

Эталонная мера (С) имеет следующие основные технические характеристики

- номинальное значение высоты ступеньки	1800 нм
- площадь ступеньки	100x750мкм ²
- форма ступеньки	прямоугольный выступ
- площадь рабочей зоны	1 см ²
- габариты меры	25x25x3мм ³

Внешний вид эталонной меры типа С представлен на рисунке 6.

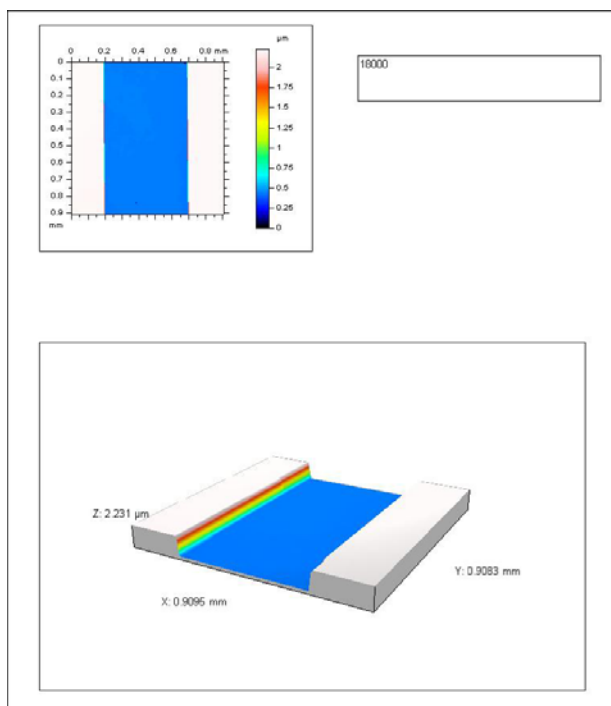


Рисунок 6 Внешний вид эталонной меры типа С с номиналом 1800 нм.

Научно-обоснованный выбор эталонных мер рельефных высоты ступеньки типа А, В, С обусловлен требованиями стандартов ISO, а также наиболее востребованными номиналами высот мер в нанометровом диапазоне от 1 нм до 1000 нм.

Для одновременной калибровки всех метрологических характеристик СИ наносероховатости была разработана комплексная эталонная мера, на которой собраны эталонные меры различных типов. На первом этапе изготовления, вследствие разнородности технологических процессов, комплексную эталонную меру изготовили с применением гибридной технологии сборки различных кристаллов на общей подложке.

Комплексная эталонная мера должна согласно разработанным техническим требованиям позволять поверять следующие метрологические и технические характеристики приборов:

- вертикальное и горизонтальное разрешение приборов;
- пространственную разрешающую способность зонда;
- форму и угол зонда и нелинейности манипулятора;
- угловую дисторсию и нелинейность;
- нелинейность манипулятора;
- вертикальное увеличение приборов.

Поэтому был выбран и изготовлен следующий состав эталонных мер для размещения на поверхности комплексной эталонной меры.

1. Эталонные меры различной толщины МРТ 1, 2, 3, 4, 5 – формировались непосредственно на поверхности кремниевой пластины.
2. Эталонная мера РА01 для калибровки пространственной разрешающей способности зонда.
3. Эталонные меры TGX01 , TGX011 для калибровки формы зонда и нелинейности манипулятора.
4. Эталонная мера TGG01 и TGG05 для калибровки угловой дисторсии и нелинейности сканера по вертикали
5. Эталонные меры TGZ01, TGZ02, TGZ03, TGZ04, TGZ11 для калибровки по высоте.

Разработанная комплексная эталонная мера имеет следующие основные технические характеристики:

Номер меры	Номинальные высоты ступеньки	Шаг, мкм	Площадь рабочего участка, мм	Размеры меры, мм
	Диапазон, нм			
TGZ01	От 18 до 26	3,0	3 x 3	5 x 5 x 0,45
TGZ02	От 84.до.106			
TGZ03	От 490.до.520			
TGZ04	От 900.до 1100			
TGZ11	От 1350 до 1650	10		

Тип меры	период	Высота ступеньки, мкм	Размеры рабочего участка, мм	Размеры меры, мм
	Шаг, мкм			
TGG01	3,0	1,8	3 x 3	5 x 5 x 0.45

Внешний вид комплексной эталонной меры представлен на рисунке 7.

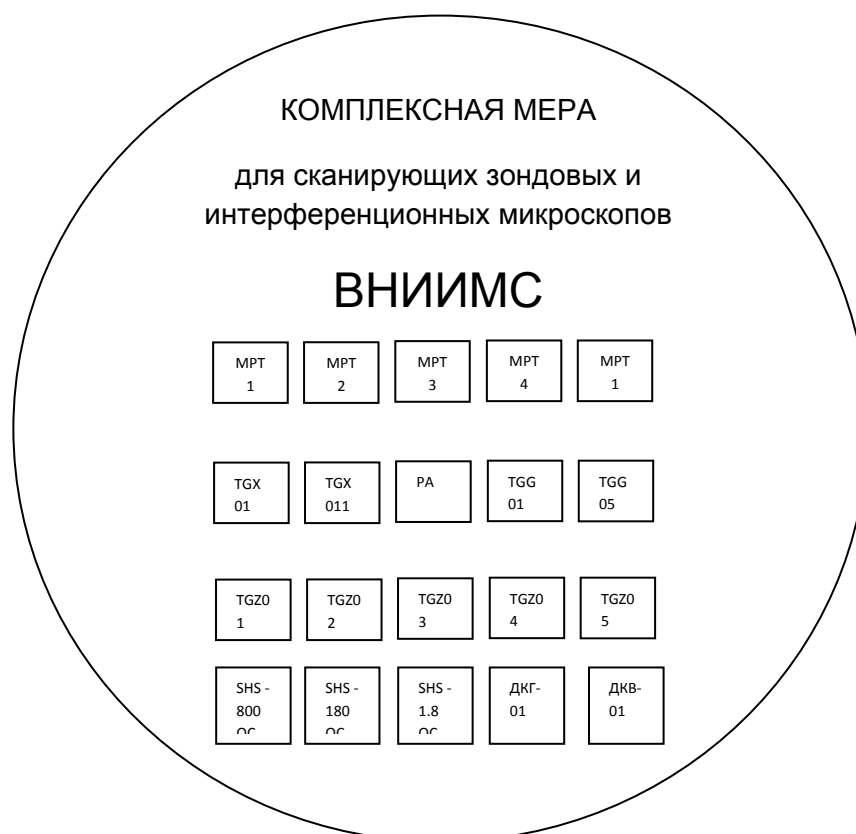


Рисунок 7 – Внешний вид комплексной эталонной меры для калибровки сканирующих зондовых и интерференционных микроскопов.

Таким образом, комплексная эталонная мера изготовлена с применением гибридной технологии сборки различных кристаллов на общей подложке и позволяет калибровать всю номенклатуру

метрологических характеристик приборов, предназначенных для измерений параметров шероховатости в диапазоне от 1 нм до 1000 нм.

III. Тема: «Проведение ключевых сличений национальных эталонов».

В 2013 году проведены ключевые сличения национальных эталонов в области измерений высотных и шаговых параметров длин в нанометровом диапазоне. В сличениях с ВНИИМС принял участие ННЦ «Институт метрологии» (Украина). Внешний вид национального эталона России в области измерений высотных и шаговых параметров длин в нанометровом диапазоне (ГЭТ 113-2010) приведен на рис.8.



Рис. 8

Количественные значения метрологических характеристик национальных эталонов, полученные в результате сличений приведены в таблице 1.

Таблица 1

Номинальное значение высоты и шага меры, мкм	Результаты измерений Россия R_1 , мкм	Результаты измерений Украина R_2 , мкм	Разность результатов измерений $ d $, мкм	Неопределенность измерений Россия u_{c1} , мкм	Неопределенность измерений Украина u_{c2} , мкм
$S_m = 0,8$	0,822	0,819	0,003	0,07	0,06
$R_{max}=0,03$	0,0309	0,0314	0,005	0,0014	0,0017

Проведены ключевые сличения национальных эталонов в области измерений геометрических параметров поверхностей тел вращения. В сличениях с ВНИИМС принял участие НМИ «БелГИМ» (Белоруссия).

Внешний вид национального эталона России в области измерений геометрических параметров тел вращения (ГЭТ 136-2011) приведен на рис.9.

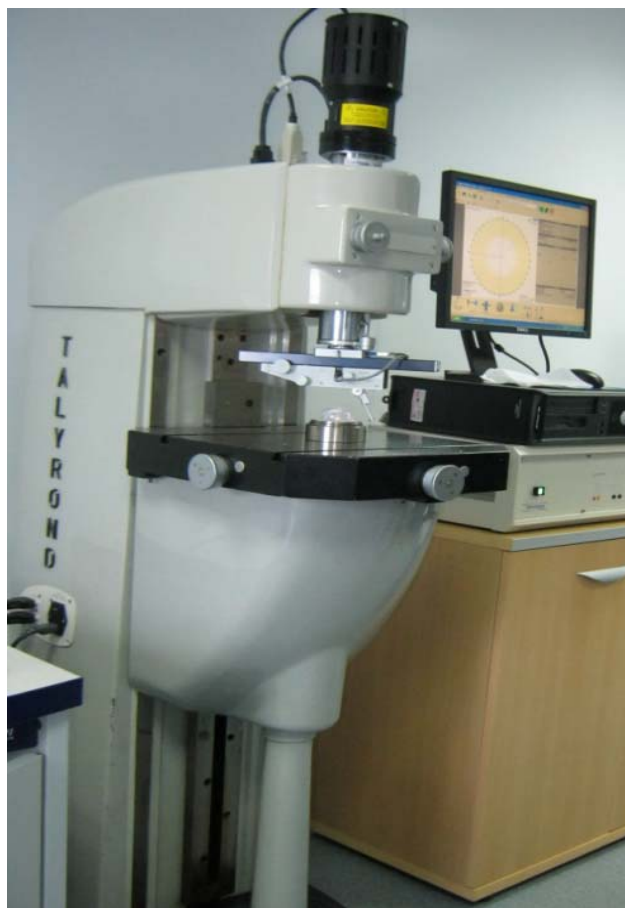


Рис. 9

Количественные значения метрологических характеристик национальных эталонов, полученные в результате сличений приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Значение
Номинальное значение параметров формы тел вращения (параметр $P+V$), мкм	12,5
Результат измерений во ВНИИМС (Россия), мкм	12,510
Результат измерений в БелГИМ (Белоруссия), мкм	12,530
Полученная неопределенность измерений ВНИИМС (Россия), мкм	0,015
Полученная неопределенность измерений БелГИМ (Белоруссия), мкм	0,016
Разница результатов измерений, мкм	0,020

По результатам сличений национальных эталонов, установлена их эквивалентность при рассчитанных расширенных неопределенностях измерений.

ОАО «НИЦПВ»

В ходе реализации Программы «Создание эталонов единицы длины нового поколения в диапазоне $10^{-9} \div 10^{-4}$ м на 2013 – 2015 годы» (далее – Программы) в рамках темы «Создание нового поколения мер на основе кристаллических рельефных наноструктур для передачи единицы длины средствами измерений в нанометровом диапазоне» Научно-исследовательским центром по изучению свойств поверхности и вакуума (далее – НИЦПВ) за отчетный период выполнено следующее.

Изготовлены опытные партии кристаллических рельефных наноструктур – мер для определения характеристик растровых электронных микроскопов (РЭМ), атомно-силовых микроскопов (АСМ) и просвечивающих электронных микроскопов (ПЭМ). Меры имеют следующие метрологические характеристики:

Мера для калибровки и поверки растровых электронных микроскопов.

Параметры		Погрешность аттестации
Ширина рельефных элементов	40-700 нм	± 2 нм
Шаг структуры	400-3000 нм	± 2 нм
Высота элементов рельефа	50-800 нм	± 2 нм

Мера для калибровки и поверки атомно-силовых микроскопов.

Параметры		Погрешность аттестации
Ширина рельефных элементов	50-650 нм	± 2 нм
Шаг структуры	400-3000 нм	± 2 нм
Высота элементов рельефа	50-800 нм	± 2 нм

Мера для калибровки и поверки просвечивающих электронных микроскопов.

Параметры		Погрешность аттестации
Межплоскостное расстояние d_{111}	0,3136 нм	$\pm 0,0001$ нм
Ширина рельефных элементов	60-900 нм	± 2 нм
Шаг структуры	400-3000 нм	± 2 нм
Толщина структуры	20-50 нм	не аттестуется
Слои-маркеры	ниобий, палладий, титан, алюминий	
Ширина слоев-маркеров	50-200 нм	± 10 нм

В настоящее время проводятся испытания вышеуказанных мер в целях утверждения типа средств измерений.

Госстандарт Республики Беларусь:

В рамках выполнения Программы БелГИМ подготовлен проект:

КОНЦЕПЦИЯ (проект) «Создания лаборатории эталонов в нанометровом диапазоне на 2015 - 2020 г.»

1 Введение

Области науки, объединяемые единым понятием «нанометрология», фактически подразумевают широкую междисциплинарную сферу деятельности, к которой относятся линейно-угловые измерения, электромагнитные измерения, область оптической микроскопии, химический анализ, поверхностный анализ, структурный анализ свойств материалов, биотехнология и микробиология.

На сегодняшний день нано- технологии находят применение в следующих областях, имеющих отношение к измерениям длины:

- производство в микро- и нано- масштабе (наноитография при производстве полупроводников);
- наноэлектроника (стекловолоконная оптика);
- печатные платы;
- новые композитные материалы и т. д.

Фактическое требование к измерениям на наноуровне то же, что и в классической промышленности: необходимо подтвердить, что любой продукт или процесс изготовления соответствует установленным требованиям, т.е. требуются количественные измерения, прослеживаемые до национального и международных эталонов.

Метрологическое обеспечение единства измерений в нанотехнологиях связано с созданием эталонов физических величин, эталонных установок, разработкой методик поверки (калибровки) средств измерений, применяемых в нанотехнологиях, разработкой и аттестацией методик, выполнения измерений физико-химических параметров и свойств объектов нанотехнологий. Принципы метрологического обеспечения должны носить опережающий характер и использоваться в любых без исключения технологических процессах и научных исследованиях, что, безусловно, относится и к нанотехнологиям (наноиндустрии).

Необходимость опережающего развития измерительной информации на рынке современных технологий постоянно подчеркивается в ежегодных докладах Национального Института Стандартов и Технологий США (NIST). По утверждению NIST, «Инновации в измерениях и метрологии зачастую будут являться фактором успешного технологического прорыва почти во всех сферах экономики. В первой четверти XXI века особые надежды связаны с нанотехнологиями». См. Swyt D. An Assessment at the United States Measurement System. NIST Special Publication 1048, 2007, 64 pp.). Поэтому, в свете изложенного, любые разработки по формированию и развитию нанометрологии весьма актуальны и своевременны. Создание лаборатории будет содействовать ускоренному развитию конкурентоспособного сектора исследований и разработок, увеличения вклада науки и техники в развитие экономики области, в решение важнейших социальных задач, формирования и модернизации материально-технической базы научно-исследовательских предприятий и научных учреждений, развития новых высокотехнологичных отраслей промышленного производства и их позиционирования на рынке высокотехнологичной продукции.

Постановлением Совета Министров Республики Беларусь от 18 февраля 2013 г. № 113 утверждена Концепция формирования и развития наноиндустрии в Республике Беларусь. В соответствии с планом мероприятий по реализации положений Концепции на Госстандарт возложена задача подготовки предложений по созданию и организации деятельности специализированной лаборатории эталонов в нанометровом диапазоне (далее – лаборатория) на базе Республиканского унитарного предприятия «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ) в течение 2013-2020 гг.

В соответствии с планом НИР и ОКР БелГИМ на 2013 год проведены поисковые научно-исследовательские работы:

- в первом полугодии проведены исследования требований международных стандартов, предъявляемых к созданию лаборатории;
- во втором полугодии проведены исследования по выбору оптимальной комплектации лаборатории эталонами и вспомогательным оборудованием.

2 Цели и задачи

Целью создания специализированной лаборатории эталонов в нанометровом диапазоне является:

- создание метрологического приборного комплекса для измерения линейных размеров в нанометровом диапазоне;
- разработка эталона (установки высшей точности) на базе приборов нанометрового диапазона с интерференционными и другими датчиками перемещений;
- разработка комплекса мер для калибровки приборов нанометрового диапазона, а также для передачи размера единицы длины в нанометровом диапазоне от эталона к рабочим СИ;
- участие в международных сличениях эталонов для нанотехнологий и nanoиндустрии, с целью обеспечения международного признания эталонов.

3 Требования, предъявляемые к лаборатории эталонов в нанометровом диапазоне и ее комплектация

По результатам исследований требований международных стандартов ISO и европейских EN, предъявляемых к созданию специализированной лаборатории эталонов, и на основании анализа существующих чистых помещений на предприятиях Республики Беларусь (ГНУ «Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси», ОАО «Интеграл», НТЦ «Белмикросистемы») класс чистоты для основных помещений лаборатории и для вспомогательных зон должен быть не более 8 ИСО, а для зон, в которых выполняются критические операции – 6 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1.

Метрологический приборный комплекс лаборатории эталонов в нанометровом диапазоне должен состоять из следующих средств измерений:

- прибор для контроля параметров воздуха: концентрация частиц, концентрации микроорганизмов;
- автономная (локальная) установка для создания чистых зон небольшого объема для подготовки и очистки образцов (ламинарный шкаф);
- микроскоп оптический для визуального контроля мер;
- микроскоп сканирующий зондовый атомно-силовой;
- Nanopositioning and nanomeasuring machine (NMM-1).

4 Нормативно-правовая основа деятельности Лаборатории:

Лаборатория осуществляет свою деятельность в соответствии с действующим законодательством Республики Беларусь:

Закон республики Беларусь № 3848-XII от 5 сентября 1995 г. «Об обеспечении единства измерений»

4 Статус лаборатории:

Лаборатория эталонов в нанометровом диапазоне является структурным подразделением производственно - исследовательского отдела измерений геометрических величин БелГИМ.

5 Структура, финансирование

Лаборатория находится в прямом подчинении директора БелГИМ.

Непосредственное руководство Лабораторией осуществляется начальником производственно - исследовательского отдела измерений геометрических величин БелГИМ.

Штатный состав Лаборатории формируется на основе распоряжения (приказа) директора БелГИМ.

Создание лаборатории осуществляется за счет республиканского бюджета и за счет средств БелГИМ.

Финансирование Лаборатории осуществляется за счет средств БелГИМ, привлеченных средств государственных программ.

5 Ожидаемые итоги реализации Концепции:

- создание лаборатории с соответствующими эталонами;
- признание эталонов на международном уровне;
- импортозамещение услуг на территории Республики Беларусь;
- увеличение числа организаций, осуществляющих инновационную деятельность, связанную с нанотехнологиями;
- увеличение объема инновационных товаров, работ, услуг организаций связанных с нанотехнологиями;
- укрепление материально-технологической базы исследований научных организаций, высших учебных заведений с целью дальнейшего повышения результативности и качества новых разработок;
- содействие ускоренному развитию конкурентоспособного сектора исследований и разработок;
- содействие формированию и модернизации материально-технической базы научно-исследовательских предприятий и научных учреждений;
- содействие развитию новых высокотехнологичных отраслей промышленного производства и их позиционирования на рынке высокотехнологичной продукции.

