

параметров статистической модели, из которой извлекается взаимозаменяемая выборка. Итак, математический подход требует введения байесовского подхода, включая применение теоремы Байеса, но не может помочь при установлении адекватных распределений вероятностей для этих параметров.

Л и т е р а т у р а

1. **Jaynes E. T.** Probability Theory: The Logic of Science. Cambridge: Cambridge Univ. Press, 2003.

2. **Jaynes E. T.** Clearing up Mysteries — The Original Goal, in Maximum-Entropy and Bayesian Methods / Ed. J. Skilling. Dordrecht: Kluwer, 1989. P. 1.

3. **Bernardo J. M., Smith A. F. M.** Bayesian Theory Chichester: John Wiley & Sons, Ltd, 2000.

4. **Dawid A. P.** Conditional independence in statistical theory // J. Roy. Statist. Soc. 1979. V.B 41. P. 1—31.

5. **Finetti B. de.** Theory of Probability Chichester: John Wiley & Sons, Ltd, 1974.

Дата принятия 10.01.2013 г.

НАНОМЕТРОЛОГИЯ

006.78

Стандартные образцы пространственных характеристик наноструктур на основе аморфных многослойных покрытий

А. С. БАТУРИН*, **В. С. БОРМАШОВ***, **М. А. ЕРМАКОВА***, **Е. А. МОРОЗОВА***,
С. А. МОРОЗОВ*, **Е. В. КОРОСТЫЛЕВ***, **С. С. ЗАРУБИН***, **А. М. МАРКЕЕВ***,
П. А. ТОДУА**

* Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия,
e-mail: baturin@mail.mipt.ru

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

Представлены результаты разработки стандартных образцов СПАМ-20 и СПАМ-100 пространственных характеристик наноструктур на основе периодических многослойных покрытий Al_2O_3/TiO_2 , предназначенных для контроля точности измерений и аттестации методик выполнения измерений, основанных на методе рентгеновской рефлектометрии. Рассмотрены метрологические характеристики указанных стандартных образцов.

Ключевые слова: стандартные образцы пространственных характеристик, рентгеновская рефлектометрия, многослойные пленки, метод атомно-слоевого осаждения.

The results of development of certified reference materials of nanostructures spatial characteristics based on multilayer periodic Al_2O_3/TiO_2 coatings intended for X-Ray reflectometry measuring techniques accuracy control and measurement procedures certification are presented. The metrological characteristics of developed certified reference materials are considered.

Key words: certified reference materials of spatial characteristics, X-Ray reflectometry, multilayer films, ALD.

В настоящее время в России расширяется производство наноразмерных функциональных покрытий (термозащитных, радио- и светоотражающих, сверхпрочных и др.), а также гетероструктур для светоизлучателей и фотоприемников волоконно-оптических линий связи [1]. Функциональные покрытия обычно представляют однослойные или многослойные пленки нанометровой толщины на поверхностях изделий.

Пространственные и функциональные характеристики многослойных наноразмерных покрытий определяющим образом влияют на эксплуатационные параметры изделий

нанотехнологий. Метрологическое обеспечение измерений этих характеристик является актуальной задачей для развития нанотехнологий с точки зрения контроля и повышения качества продукции наноиндустрии. В него входит разработка методик выполнения измерений (МВИ) и стандартных образцов (СО) для аттестации этих методик и контроля точности измерений.

В качестве методов исследования тонкопленочных наноразмерных покрытий широко применяют оптические и рентгеновские методы, такие как рентгеновская и оптичес-

кая рефлектометрия и эллипсометрия [2, 3]. Особенности данных методов — возможность получать информацию о толщине и материале структур, шероховатостях и переходных слоях на границах пленок. Однако интерпретация экспериментальных результатов является сложным и зачастую неоднозначным процессом, требующим задания модели структур, максимально близкой по свойствам к реальному объекту [4]. Для аттестации и контроля точности МВИ, основанных на методах рефлектометрии и эллипсометрии, необходимы образцы с известной структурой и аттестованными характеристиками толщины слоев. Для использования в качестве СО для данных методик они должны иметь оптимальные размеры, структуру, материалы и толщину слоев.

В настоящей работе рассмотрены СО пространственных характеристик на основе аморфных покрытий (СПАМ), которые представляют периодическую структуру чередующихся слоев Al_2O_3 и TiO_2 , полученную при помощи метода атомно-слоевого осаждения (АСО) на подложке кремния. Аттестуемыми характеристиками СПАМ являются: толщина слоев оксидов алюминия и титана в покрытии; межслоевой период повторения; общая толщина многослойной структуры.

Разработаны два типа СО: СПАМ-20, содержащий 6 повторяющихся групп слоев Al_2O_3 и TiO_2 толщиной 10 нм каждый, общей толщиной 120 нм; СПАМ-100, содержащий 2 группы слоев Al_2O_3 (90 нм) и TiO_2 (10 нм), общей толщиной 200 нм. На рис. 1 представлены схемы поперечного среза материалов этих СО.

Выбор материала и метода нанесения дает высокую воспроизводимость и однородность пленок [5—9]. Различия в оптических плотностях материалов Al_2O_3 и TiO_2 достаточны для высокой чувствительности к ним методов рефлектометрии и эллипсометрии. Данные материалы широко используют в промышленности по отдельности или в комбинации [10—12], поэтому разработанные СО максимально близки по свойствам к исследуемым реальным объектам.

Создание СО с аттестованными значениями толщины слоев — актуальная задача в мире. В частности, разработкой подобных СО занимается NIST (США). Одним из продуктов NIST является SRM 2135c «Ni/Cr Thin Film Depth Profile Standard» [13]. Представленный образец — периодическая структура из чередующихся слоев Ni и Cr (номинальная толщина одного слоя 55 нм, число слоев 5+4), выращенная методом высокочастотного магнетронного напыления на подложке Si. Аттестуемые характеристики: толщина одного слоя, выраженная в единицах массы на площадь (для устранения неопределенности, связанной с неточностью определения плотности); межслоевой период; общая толщина покрытия; средний разброс по толщине между слоями. Устанавливают аттестованные значения методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС), измеряя время, необходимое для удаления ионной бомбардировкой каждого слоя объекта. Калибровку скоростей травления в ИСП проводят с использованием калибровочных образцов, определяя изменение массы объекта за время травления. Основное назначение SRM 2135c — элементный анализ с послойным травлением методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии или вторично-ионной масс-спектрометрии. Данный образец не применим для калибровки средств измерений оптических методов, например, эллипсометрии.

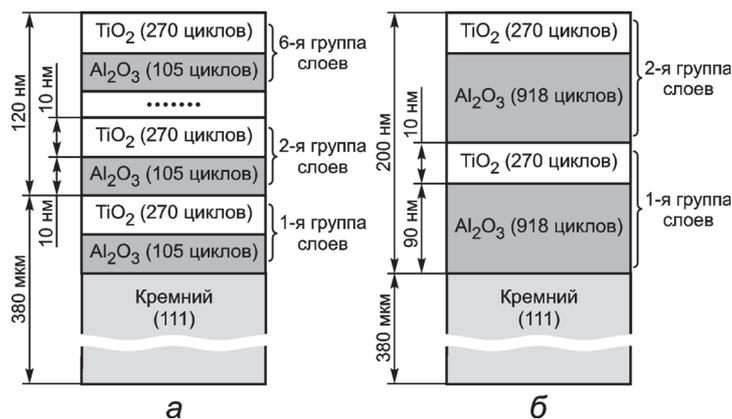


Рис. 1. Схема поперечного среза материала СО СПАМ-20 (а) и СПАМ-100 (б)

В качестве СО для эллипсометрии NIST разработал SRM 2530 [13] — пленки SiO_2 толщиной 50, 100, 200 нм на подложке Si (существуют европейские аналоги данных СО). Аттестованными характеристиками СО являются эллипсометрические параметры ψ , Δ , из которых при помощи модели пленок рассчитаны информационные значения толщины и коэффициентов преломления материалов.

Попытки создания СО для рефлектометрии в NIST не привели к положительному результату из-за выбора в качестве аттестации метода, основанного на рентгеновской рефлектометрии. По результатам исследований выявлено, что невозможно доказать предпочтительность использования для анализа экспериментальных данных модели структуры с двумя чередующимися слоями по сравнению с моделью с промежуточным переходным слоем [13]. Чтобы исключить проблему определения наиболее корректной модели для аттестации разработанных СПАМ выбраны МВИ, основанные на методах атомно-силовой микроскопии, обеспечивающих прослеживаемость измерений к первичному эталону единицы длины.

Процедура изготовления СО. В качестве подложки использовали кремниевую пластину КДБ 7-13 ориентации (111) диаметром 100 мм. Перед нанесением многослойного покрытия удаляли естественный оксид с поверхности кремниевой пластины 1 %-м раствором плавиковой кислоты HF. Многослойное покрытие наносили методом АСО на установке Picosun Sunale в едином цикле (без выгрузки пластины в шлюз или атмосферу). Для нанесения слоев Al_2O_3 использовали триметилалюминий $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ и воду (для СПАМ-20 — 105 циклов, СПАМ-100 — 918 циклов); слоев TiO_2 — тетраэтоксититан $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ и воду (для СПАМ-20 и СПАМ-100 — по 270 циклов). Температура подложки в обоих случаях составляла 300 °С. Для защиты многослойной пленки на последующих технологических этапах и во время эксплуатации СО на ее поверхность наносили слой SiO_2 толщиной 400 нм методом плазмохимического осаждения (PlasmaLab System 100).

Кремниевую пластину разделяли на чипы размером 17×17 мм, отбирали те из них, которые отстояли от центра пластины не более чем на 40 мм (с каждой пластины по 12 рабочих чипов). Каждый чип маркировали лазером с обратной стороны. С целью формирования ступеней, необходимых для измерения толщины многослойного покрытия при аттестации, в центре каждого чипа были сделаны

девять квадратных отверстий латеральными размерами 100×100 мкм, расположенных по углам сетки 3×3 элемента с шагом 1,5 мм. Верхний защитный слой SiO_2 снимали в буферном растворе HF (2,5 мин при комнатной температуре) с использованием маски из фоторезиста ФП-9120-1. Травление многослойной пленки $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ выполняли через маску защитного слоя SiO_2 в горячей (160°C) H_2SO_4 (для СПАМ-20 время травления 1 ч, СПАМ-100 — 1,5 ч). Затем повторно наносили фоторезист и выполняли фотолитографию идентичного рисунка со сдвигом на 50 мкм. В проэкспонированной области удаляли защитный слой SiO_2 в буферном растворе HF. Для удаления остатков фоторезиста пластину отмывали в ацетоне и чистили в плазме N_2O в течение 3 мин. Схема поперечного сечения изготовленного СО на границе ступени показана на рис. 2.

Исследование и аттестация СО СПАМ. Для аттестации разработанных СО необходимо измерить толщину тонких диэлектрических слоев, входящих в состав покрытий. Возможны два подхода по проведению подобных измерений. Первый из них основан на частичном разрушении покрытия с целью формирования ступеней в изучаемом покрытии (фотолитография и жидкостное химическое травление) с последующим измерением их высоты при помощи атомно-силового микроскопа (АСМ) или поперечного скола (среза) образца для проведения исследований с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ). Второй подход основан на применении методов неразрушающего контроля, например, эллипсометрии и рентгеновской рефлектометрии, которые позволяют оценить толщину покрытия исходя из разных физических свойств (показателей преломления, плотности и т. п.) материалов подложки и покрытия.

Однако сложность и неоднозначность моделей, характеризующих процесс формирования измерительного сигнала от многослойной структуры, в этих методах не позволяет корректно восстановить (рассчитать) параметры, описывающие многослойную структуру, и проследить все основные источники неопределенностей результатов измерений. Другими словами, принимаемая физическая модель взаимодействия средства и объекта измерений становится основным фактором неопределенности результата измерений.

В связи с изложенным выше, был применен первый подход. В рабочей области образца формировали малые (чтобы не исказить результаты рефлектометрии и эллипсометрии) по площади (100×100 мкм), но при этом достаточные

для измерения при помощи АСМ полной высоты, ступени от верхней плоскости нанесенного многослойного покрытия до плоскости кремниевой подложки.

Так как при прямых измерениях на АСМ можно установить лишь общую толщину покрытия, то для определения толщины отдельного слоя Al_2O_3 или TiO_2 в СО использовали экспериментально-расчетную процедуру, основанную на высокой воспроизводимости, стабильности и однородности метода АСО, приведенную, например в [7, 8]. Иными словами, было принято утверждение, что при формировании многослойной структуры каждый входящий в ее состав слой Al_2O_3 или TiO_2 будет иметь одинаковую толщину. Предположение о воспроизводимости и однородности толщины каждого из слоев в многослойной структуре предварительно проверено путем исследования и оценивания влияния параметров технологических операций в условиях внутрилабораторной прецизионности на толщину получаемой в результате пленки. Количество тестовых пластин (с одиночным слоем Al_2O_3 или TiO_2), на которых проведены подобные испытания, выбрали согласно количеству используемых слоев в СО. Условия получения тестовых пластин в следующих друг за другом процессах максимально варьировались в пределах допускаемых флуктуаций внешних воздействий (температуры и влажности), а также с привлечением разных операторов и использованием кремниевых пластин из разных партий (одной и той же ориентации и степени легирования). Время между приготовлением двух тестовых пластин составляло не менее 24 ч и на порядок превышало характерное время между двумя последовательными нанесениями слоев в разрабатываемом СО.

Таким образом, можно предположить, что в реальной структуре разброс значений толщины каждого слоя оксидов не будет превышать найденную суммарную неопределенность. При правильном соблюдении всех инструкций независимо от неконтролируемых внешних факторов (оператор, чистота исходных химических реагентов, температурно-влажностный режим, качество материала подложки и т. д.) можно гарантировать, что для характерного времени, равного двум-трем дням, разброс значений толщины пленок Al_2O_3 и TiO_2 , получаемых в результате последовательных выполнений аттестованных технологических операций, не будет превышать $\pm 2\%$.

Несмотря на экспериментально доказанную стабильность, воспроизводимую и однородность толщины покрытий, получаемых методом АСО, на одном из образцов каждого типа дополнительно провели прямые измерения толщины входящих в состав многослойной структуры СО слоев Al_2O_3 и TiO_2 с использованием ПЭМ. Для этой цели при помощи системы фокусированного ионного пучка сформировали, примерно в центре СО, несколько поперечных срезов. Проведенные исследования показали высокую однородность и воспроизводимую технологических операций роста Al_2O_3 и TiO_2 методом АСО. Разброс толщины не превысил $\pm 5\%$, что обусловлено использованием ПЭМ для измерений. Несмотря на возможность применения ПЭМ для прямых измерений толщины слоев Al_2O_3 и TiO_2 , включение подобных исследований в программу испытаний представляется нецелесообразным. Это, в первую очередь, связано со сложностью процедуры пробоподготовки поперечных срезов при помощи фокусированного ионного пучка, когда существует вероятность перемешивания материалов соседних

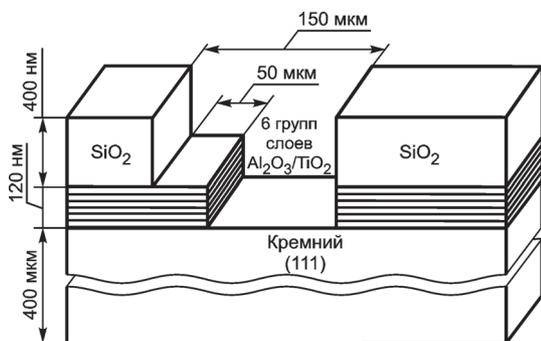


Рис. 2. Схема поперечного среза СО СПАМ-20 вблизи одного из центральных квадратов

слоев. Другой проблемой является невозможность проведения испытаний на существенной площади СО с целью установления действительных значений метрологических характеристик. Подобное требование обусловлено последующим применением СО для методов рентгеновской рефлектометрии и малоугловой дифракции, когда площадь области, взаимодействующей с рентгеновским пучком, составляет десятки миллиметров.

Выбранная методика испытаний имеет ряд преимуществ: позволяет избежать проблем, связанных с пробоподготовкой, которые появляются при измерениях на ПЭМ; возможность расширения перечня доступных лабораторий и исследовательских центров для проведения независимых испытаний СО, так как в настоящее время метод атомно-силовой микроскопии распространен очень широко; каждый пользователь СО может лично контролировать объект и перепроверять результаты измерений; снимается проблема прослеживаемости результатов измерений.

Прослеживаемость измерений (рис. 3) обеспечена путем поверки используемого при измерениях сканирующего зондового АСМ Ntegra Aura (№ 28664-05 в Госреестре СИ) [14] при помощи специальной меры ширины и периода МШПС-2.0К (№ 33598-06 в Госреестре СИ) и их поверки по стандарту [15] с использованием АСМ Solver P47Н (№ 28666-10 в Госреестре СИ), сопряженного с лазерной измерительной системой ЛИС-01М (№ 42622-09 в Госреестре СИ, свидетельство об утверждении типа СИ № 37753), и поверки этой системы с применением государственного первичного эталона единицы длины — метра ГЭТ 2—85.

Установление значений метрологических характеристик, единых для всех СО в одной партии, проводили на образцах, произвольно отобранных для целей аттестации [16]. На каждом из них измеряли общую толщину покрытия в пяти областях, для чего выбирали пять окон травления в центральной зоне СО. Используя аттестованную в соответствии с [17] методику измерений на АСМ [18], определяли среднюю высоту h_{ij} полученных в результате травления ступеней на i -й области j -го образца, соответствующую общей толщине покрытия, с неопределенностью измерений Uh_{ij} .

По результатам измерений рассчитывали средние значения суммарной толщины \bar{h}_j многослойного покрытия пленки Al_2O_3/TiO_2 по одному j -му образцу. Для этого находили средние взвешенные значения по результатам пяти измерений высоты ступени в разных окнах травления на одном и том же экземпляре СО. При определении расширенной Uh_j предполагали, что одиночные результаты измерений высоты ступени являются выборками из единой генеральной совокупности.

Далее проводили процедуру гармонизации значений \bar{h}_j , полученных для шести разных СО. В процессе данной процедуры исключали образцы, для которых \bar{h}_j существенно отличались от остальной совокупности результатов (критерий по уровню $3,6\sigma$).

По отобранным средним значениям определяли единое среднее взвешенное значение суммарной толщины многослойного покрытия пленки Al_2O_3/TiO_2 по всем экземплярам СО:

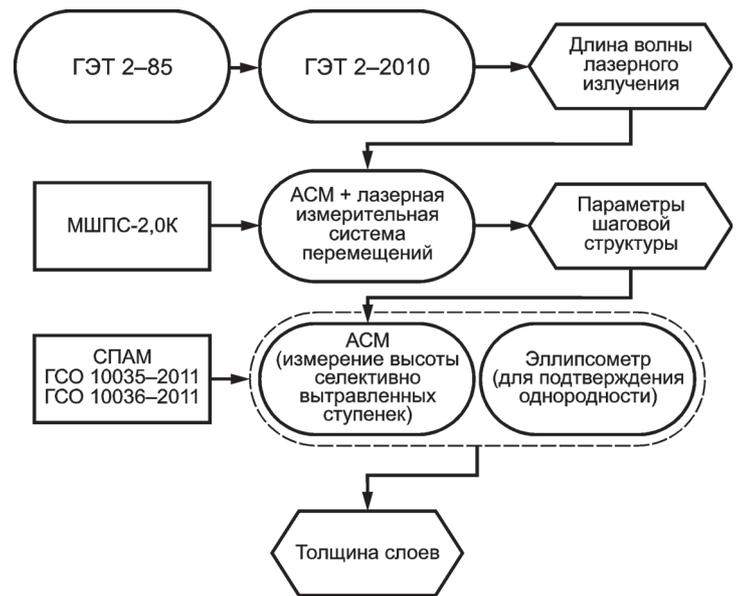


Рис. 3. Схема прослеживаемости для СО СПАМ

$$\bar{h}_{ед} = \frac{\sum_{j=1}^K (\bar{h}_j / Uh_j^2)}{\sum_{j=1}^K [Uh_j^2]^{-1}},$$

где j — порядковый номер образца ($j = 1, 2, \dots, K$), K — количество экземпляров СО, отобранных в результате процедуры гармонизации для дальнейшего анализа.

Для оценки неопределенности измерения единого среднего значения суммарной толщины многослойного покрытия пленки Al_2O_3/TiO_2 по всем экземплярам СО справедливо выражение

$$Uh = \left[\frac{\sum_{j=1}^K \left[(\bar{h}_j - \bar{h}_{ед})^2 / Uh_j^2 \right]}{\sum_{j=1}^K (Uh_j^2)^{-1} + \sum_{j=1}^K (Uh_j^2)^{-1}} \right]^{1/2}.$$

По данным о количестве слоев TiO_2 и Al_2O_3 в покрытии можно рассчитать действительные значения аттестуемых характеристик СО и их неопределенности, зависящие от метода аттестации (см. таблицу).

Стандартные образцы СПАМ-20 и СПАМ-100 исследованы методом рентгеновской рефлектометрии. Результат полнопрофильного уточнения: для СПАМ-20 — средняя толщина слоев TiO_2 ($9,2 \pm 0,6$) нм, Al_2O_3 ($9,7 \pm 0,4$) нм; СПАМ-100 — TiO_2 ($9,5 \pm 0,5$) нм, Al_2O_3 ($88,9 \pm 0,5$) нм.

Однородность и стабильность СО СПАМ. Неопределенность аттестованных значений характеристик СО, обусловленную неоднородностью материала, определяли согласно [19]. На каждом экземпляре СО, входящем в состав партии, при помощи аттестованной методики измерений и АСМ измеряли среднюю высоту полученных в результате травления ступеней, соответствующую общей толщине покрытия, в пяти областях. Для этого формировали пять окон травления — четыре в углах СО и одно в его центре. В каждом окне травления проводили по два измерения толщины покрытия в условиях повторяемости.

Далее оценивали дисперсии неоднородности в пределах одного экземпляра СО и по всей партии (по разным об-

Результаты испытаний на партии СО СПАМ-20 и СПАМ-100

СО	Аттестуемая характеристика	Аттестованное значение	Расширенная неопределенность (при $P = 0,95$), связанная с			Суммарная неопределенность (при $P = 0,95$)
			методом аттестации	неоднородностью материала	нестабильностью толщины образцов	
СПАМ-20	Средняя толщина слоев, нм: TiO ₂ Al ₂ O ₃	10,01 10,01	0,06 0,06	0,08 0,08	0,05 0,05	0,23 0,23
	Межслоевой период повторения слоев, нм	20,03	0,11	0,15	0,10	0,37
	Общая толщина многослойной структуры, нм	120,16	0,67	0,91	0,62	1,29
СПАМ-100	Средняя толщина слоев, нм: TiO ₂ Al ₂ O ₃	9,99 89,91	0,03 0,24	0,03 0,30	0,03 0,28	0,1 0,5
	Межслоевой период повторения слоев, нм	99,90	0,27	0,33	0,31	0,5
	Общая толщина многослойной структуры, нм	199,80	0,54	0,66	0,62	1,0

разцам), стандартное отклонение повторяемости результата. На основе полученных значений проводили оценку стандартных отклонений, характеризующих неоднородность по партии в целом и в пределах одного экземпляра СО. Суммируя квадраты найденных стандартных отклонений, вычисляли характеристику однородности общей толщины многослойного покрытия. После этого, используя данные о количестве слоев TiO₂ и Al₂O₃ в покрытии, рассчитывали неопределенность аттестуемых характеристик СО, зависящую от неоднородности его материала (см. таблицу). Неопределенность аттестованных значений из-за нестабильности толщины образцов, устанавливали методом изохронного исследования нестабильности [20], основанном на методе ускоренного старения, суть которого заключается в том, что в несколько раз усиливали воздействие факторов среды, вызывающих изменение толщины слоев, входящих в состав структуры СО.

Исследования нестабильности толщины проводили на двух произвольно отобранных из партии экземплярах СО. Один помещали в термическую камеру при температуре 80 °С, второй — хранили при комнатной температуре (25 ± 5) °С. Длительность испытаний 24 дня была выбрана с учетом предполагаемой температуры хранения СО и требований к его сроку службы 2 г. За период исследования проведено по 7 измерений толщины пленок многослойного покрытия Al₂O₃/TiO₂ для СО СПАМ методом рентгеновской рефлектометрии через равные промежутки времени на двух отобранных образцах. Результаты измерений представлены в таблице.

Заключение. По результатам работы созданы СО СПАМ-20 и СПАМ-100 пространственных характеристик наноструктур на основе аморфных многослойных покрытий утвержденного типа — свидетельства ГСО 10035—2011 и ГСО 136—2011, соответственно.

Разработана экспериментально-расчетная методика испытаний СО, основанная на прямых измерениях при по-

мощи аттестованной МВИ общей толщины многослойного покрытия и последующего расчета толщины каждого слоя согласно экспериментально подтвержденных воспроизводимости, однородности и стабильности технического процесса формирования материала СО. Проведена оценка стабильности и однородности материала СО.

Работа выполнена с применением оборудования Центра коллективного пользования МФТИ при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (государственные контракты № 16.552.11.7022 и № 14.740.11.0027).

Л и т е р а т у р а

1. **Российская** Национальная нанотехнологическая сеть [Офиц. сайт]. <http://www.rusnanonet.ru> (дата обращения: 19.09.2012 г.).
2. **Daillant J., Gibaud A.** X-ray and Neutron Reflectivity: Principles and Applications. N.Y.: Springer, 2009.
3. **Ohlidal I., Franta D.** Ellipsometry of Thin Film Systems // Progress in Optics. 2000. V. 41. P. 181—282.
4. **Parratt L. G.** Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays // Phys. Rev. 1954. V. 95. P. 359—369.
5. **Алехин А. П.** Физико-химические основы субмикронной технологии: Учеб. пособие. М.: МФТИ, 2007.
6. **Alekhin A. P. e. a.** Structural and electrical properties of Ti_xAl_{1-x}O_y thin films grown by atomic layer deposition // J. Vac. Sci. Technol. 2011. V. 29. N 1. P. 01A302—01A302-6.
7. **Puurunen R. L.** Surface chemistry of atomic layer deposition: A case study for the trimethylaluminum/water process // J. Appl. Phys. 2005. V. 97. P. 1—55.
8. **Ritala M., Leskela M., Rauhalo E.** Atomic layer epitaxy growth of titanium dioxide thin films from titanium ethoxide // Chem. Mater. 1994. V. 6. P. 556—561.

9. **Yilammi M.** Monolayer thickness in atomic layer deposition // *Thin Solid Films*. 1996. V. 279. P. 124—130.

10. **Grigal I. P. e. a.** Correlation between bioactivity and structural properties of titanium dioxide coatings grown by atomic layer deposition // *Appl. Surf. Sci.* 2012. N 258. P. 3415—3419.

11. **Terranova U., Bowler D. R.** Effect of hydration of the TiO₂ anatase (101) substrate on the atomic layer deposition of alumina films // *J. Mater. Chem.* 2011. V. 21. P. 4197—4203.

12. **Mitchell D. e. a.** Atomic layer deposition (ALD) of TiO₂ and Al₂O₃ thin films on silicon // *Proc. SPIE*. 2004. V. 5276. P. 296—306.

13. **National Institute of Standards and Technology.** [Официальный сайт] <http://www.nist.gov> (дата обращения: 19.09.2012 г.).

14. **ГОСТ Р 8.630—2007.** ГСИ. Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые измерительные. Методика поверки.

15. **ГОСТ Р 8.629—2007.** ГСИ. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика поверки.

16. **МИ 2838—2003.** ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Общие требования к программам и методикам аттестации.

17. **ГОСТ Р 8.563—2009.** ГСИ. Методики (методы) измерений.

18. **МИ 116ПВ/01.00317—2011/2011.** Средняя высота ступени. Методика измерений с помощью сканирующего зондового атомно-силового микроскопа.

19. **ГОСТ 8.531—2002.** ГСИ. Стандартные образцы состава монокристаллических и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.

20. **Р 50.2.031—2003.** ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности.

Дата принятия 19.11.2012 г.

543.08

Создание стандартных образцов сорбционных свойств нанопористых силикагелей

Е. П. СОБИНА*, **И. С. ПУЗЫРЕВ****, **С. В. МЕДВЕДЕВСКИХ***,
М. Ю. МЕДВЕДЕВСКИХ*, **М. П. КРАШЕНИНИНА***, **Л. В. АДАМОВА*****,
Л. К. НЕУДАЧИНА***, **Ю. Г. ЯТЛУК****

* Уральский научно-исследовательский институт метрологии, Екатеринбург, Россия,
e-mail: sobina_egor@uniim.ru

** Институт органического синтеза УрО РАН, Екатеринбург, Россия,
e-mail: igor.puzurev@mail.ru

*** Институт естественных наук Уральского федерального университета имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, Екатеринбург, Россия

Разработана методика синтеза нанопористых силикагелей. Созданы стандартные образцы и проведена оценка их метрологических характеристик.

Ключевые слова: нанопористые силикагели, стандартные образцы.

The procedure of synthesis is developed and the certified reference materials of nanoporous silica gels are created. The estimation of metrological characteristics of certified reference materials is carried out.

Key words: nanoporous silica gels, certified reference materials.

Развитие нанотехнологий, широкое внедрение их в науку, технику, производство, контроль качества продукции должны быть подкреплены усовершенствованными методами и средствами измерений. Одними из важнейших средств метрологического обеспечения являются стандартные образцы (СО). В настоящее время в России существует много предприятий, занимающихся выпуском нанопористых веществ и материалов (сорбентов, катализаторов, цеолитов и др.). Для контроля точности измерений на всех этапах технологического процесса необходимы СО сорбционных свойств со следующими аттестованными характеристиками: удельной пло-

щадью поверхности; удельным объемом пор; средним и преобладающим диаметрами пор.

Данная работа посвящена созданию СО сорбционных свойств нанопористых силикагелей и выполнена организациями, входящими в региональное отделение Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции nanoиндустрии в Уральском федеральном округе.

Для синтеза нанопористых силикагелей использовали темплатный золь—гель метод. В качестве темплатов брали ранее не исследовавшиеся этим методом органические ос-