

НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
8.631—
2007

Государственная система обеспечения единства
измерений

**МИКРОСКОПЫ ЭЛЕКТРОННЫЕ РАСТРОВЫЕ
ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ**

Методика поверки

Издание официальное

БЗ 4—2007/108



Москва
Стандартинформ
2007

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 441 «Наукоемкие технологии» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 мая 2007 г. № 99-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2007

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Операции и средства поверки	3
5 Требования к квалификации поверителей	4
6 Требования безопасности	4
7 Условия поверки и подготовка к ней	4
8 Проведение поверки	5
9 Обработка результатов измерений	6
10 Оформление результатов поверки	7
Библиография	8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

МИКРОСКОПЫ ЭЛЕКТРОННЫЕ РАСТРОВЫЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements. Scanning electron measuring microscopes.
Methods for verification

Дата введения — 2008—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на измерительные растровые электронные микроскопы (далее — РЭМ), применяемые для измерений линейных размеров в диапазоне от 10^{-9} до 10^{-6} м, и устанавливает методику их первичной и периодических поверок с помощью рельефных мер по ГОСТ Р 8.628 и ГОСТ Р 8.629.

Межповерочный интервал РЭМ — 6 мес.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.628—2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления

ГОСТ Р 8.629—2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика поверки

ГОСТ Р ИСО 14644-2—2001 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 2. Требования к контролю и мониторингу для подтверждения постоянного соответствия ГОСТ Р ИСО 14644-1

ГОСТ Р ИСО 14644-5—2005 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 5. Эксплуатация

ГОСТ 12.2.061—81 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам

ГОСТ ИСО 14644-1—2002 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1

растровый электронный микроскоп (РЭМ): Электронный микроскоп, формирующий изображение объекта при сканировании его поверхности электронным зондом.
[ГОСТ 21006—75, статья 3]

3.2 рельеф поверхности твердого тела (рельеф поверхности): Поверхность твердого тела, отклонения которой от идеальной плоскости обусловлены естественными причинами или специальной обработкой.

3.3 элемент рельефа поверхности (элемент рельефа): Пространственно локализованная часть рельефа поверхности.

3.4 растровый электронный измерительный микроскоп (измерительный РЭМ): РЭМ с нормированными метрологическими характеристиками, предназначенный для измерения линейных размеров элементов рельефа поверхности и/или расстояний между ними.

3.5

ускоряющее напряжение электронного микроскопа (ускоряющее напряжение): Разность потенциалов, определяющая энергию электронов в осветительной системе электронного микроскопа.
[ГОСТ 21006—75, статья 47]

3.6

изображение во вторичных электронах: Изображение, сформированное в растровом электронном микроскопе с использованием вторичных электронов от объекта.
[ГОСТ 21006—75, статья 33]

3.7

отклоняющая система электронного микроскопа (отклоняющая система): Электронно-оптический элемент электронного микроскопа, предназначенный для отклонения электронного пучка электрическими или магнитными полями.
[ГОСТ 21006—75, статья 25]

3.8

электронно-оптическое увеличение электронного микроскопа: Отношение линейного размера изображения, полученного непосредственно в электронном микроскопе, к линейному размеру соответствующего элемента объекта.
[ГОСТ 21006—75, статья 50]

3.9 пиксель: Наименьший дискретный элемент изображения, получаемый в результате математической обработки информативного сигнала.

3.10 изображение на экране монитора микроскопа (видеоизображение): Изображение на экране монитора микроскопа в виде матрицы из n строк по m пикселей в каждой, яркость которых прямо пропорциональна значению сигнала соответствующей точки матрицы.

П р и м е ч а н и е — Яркость пикселя определяется силой света, излучаемой в направлении глаза наблюдателя.

3.11 видеопрофиль информативного сигнала (видеопрофиль): Графическая зависимость значения информативного сигнала, поступающего с детектора микроскопа, от номера пикселя в данной строке видеоизображения.

3.12 масштабный коэффициент видеоизображения микроскопа (масштабный коэффициент): Отношение длины исследуемого элемента на объекте измерений к числу пикселей этого элемента на видеоизображении.

П р и м е ч а н и е — Масштабный коэффициент определяют для каждого микроскопа.

3.13 рельефная мера: Средство измерений длины, представляющее собой твердый объект, линейные размеры элементов рельефа которого установлены с необходимой точностью.

П р и м е ч а н и е — Рельефная мера может быть изготовлена с помощью средств микро- и нанотехнологий или представлять собой специально обработанный объект естественного происхождения.

3.14 рельефная мера нанометрового диапазона: Мера, содержащая элементы рельефа, линейный размер хотя бы одного из которых менее 10^{-6} м.

3.15 элемент рельефа в форме выступа (выступ): Элемент рельефа, расположенный выше прилегающих к нему областей.

3.16 геометрическая форма элемента рельефа: Геометрическая фигура, наиболее адекватно аппроксимирующая форму минимального по площади сечения элемента рельефа.

П р и м е р — Трапецидальный выступ, представляющий собой элемент рельефа поверхности, геометрическая форма минимального по площади сечения которого наиболее адекватно аппроксимируется трапецией.

3.17 электронный зонд РЭМ (электронный зонд): Сфокусированный на поверхности объекта электронный пучок РЭМ.

3.18 низковольтный растровый электронный микроскоп: РЭМ, ускоряющее напряжение которого не более 2 кВ.

3.19 высоковольтный растровый электронный микроскоп: РЭМ, ускоряющее напряжение которого не менее 15 кВ.

3.20 сканирование РЭМ элемента исследуемого объекта (сканирование): Перемещение электронного зонда вдоль выбранного отрезка исследуемого объекта с помощью отклоняющей системы РЭМ с одновременной регистрацией информативного сигнала.

3.21 медленные вторичные электроны; МВЭ: Группа вторичных электронов, возникающая в результате взаимодействия электронного зонда с исследуемым объектом, энергия которых не превышает 5 эВ ($\approx 8 \cdot 10^{-18}$ Дж).

3.22 эффективный диаметр электронного зонда: Значение величины, характеризующей поперечный размер электронного зонда, экспериментально определяемое путем обработки кривой видеосигнала в режиме регистрации МВЭ в рамках выбранной модели взаимодействия зонда с веществом.

4 Операции и средства поверки

4.1 При проведении первичной и периодических поверок РЭМ должны быть выполнены операции и применены средства поверки, указанные в таблице 1.

4.2 Допускается применять другие средства поверки, точность которых соответствует требованиям настоящего стандарта.

Т а б л и ц а 1 — Операции и применяемые средства поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящего стандарта	Наименование средства поверки и его основные технические и метрологические характеристики	Обязательность проведения операции при поверке
Внешний осмотр	8.1	—	+
Опробование	8.2	Рельефная мера, изготовленная по ГОСТ Р 8.628 и поверенная по ГОСТ Р 8.629	+
Определение метрологических характеристик	8.3	То же	+
П р и м е ч а н и е — Знак «+» обозначает необходимость проведения операции.			

5 Требования к квалификации поверителей

К поверке микроскопов допускаются лица, имеющие опыт работы с растровыми электронными микроскопами, знающие требования настоящего стандарта и аттестованные по [1].

6 Требования безопасности

При поверке микроскопов необходимо соблюдать правила электробезопасности по [2], [3] и требования по обеспечению безопасности на рабочих местах по ГОСТ 12.2.061, [4], [5].

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки микроскопа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды $(20 \pm 3) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление $(100 \pm 4) \text{ кПа}$;
- напряжение питающей сети $220^{+22}_{-33} \text{ В}$;
- частота питающей сети 50^{+10} Гц .

7.2 Помещение (зона), где размещен микроскоп и средства его поверки, должно быть в эксплуатируемом состоянии и обеспечивать класс чистоты не более класса 8 ИСО по взвешенным в воздухе частицам размерами 0,5 и 5 мкм и концентрациями, определенными по ГОСТ ИСО 14644-1. Периодичность контроля состояния помещения (зоны) определяют по ГОСТ Р ИСО 14644-2. Эксплуатацию помещения (зоны) осуществляют по ГОСТ Р ИСО 14644-5.

7.3 Подготовка к поверке РЭМ включает в себя выполнение следующих работ:

- выбирают необходимую для поверки микроскопа рельефную меру нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов (далее — рельефная мера), линейные размеры и материал для изготовления которой соответствуют требованиям ГОСТ Р 8.628. Рельефная мера должна быть поверена по ГОСТ Р 8.629. Сечение рельефной меры приведено на рисунке 1. В качестве исследуемого элемента используют выступ, для которого в паспорте (формуляре) на меру приведено значение проекции боковой грани на плоскость нижнего основания a . В зависимости от значения ожидаемого эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d используют рельефную меру, для которой

$$\frac{a}{d} \geq 1,5;$$

- выбранный экземпляр рельефной меры выдерживают в помещении, где будет проведена поверка микроскопа, не менее 24 ч;
- проводят проверку соответствия комплекта поставки рельефной меры данным, приведенным в паспорте (формуляре) на рельефную меру;
- проводят осмотр футляра, в котором осуществлялось хранение и транспортирование рельефной меры, на отсутствие механических повреждений;
- извлекают рельефную меру из футляра и осматривают ее для выявления внешних повреждений (царапин, сколов и других дефектов) и загрязнений. При необходимости поверхность меры очищают от частиц пыли струей очищенного и осушенного воздуха.

7.4 Выполняют операции, необходимые для подготовки микроскопа к работе, в соответствии с требованиями инструкции по его эксплуатации.

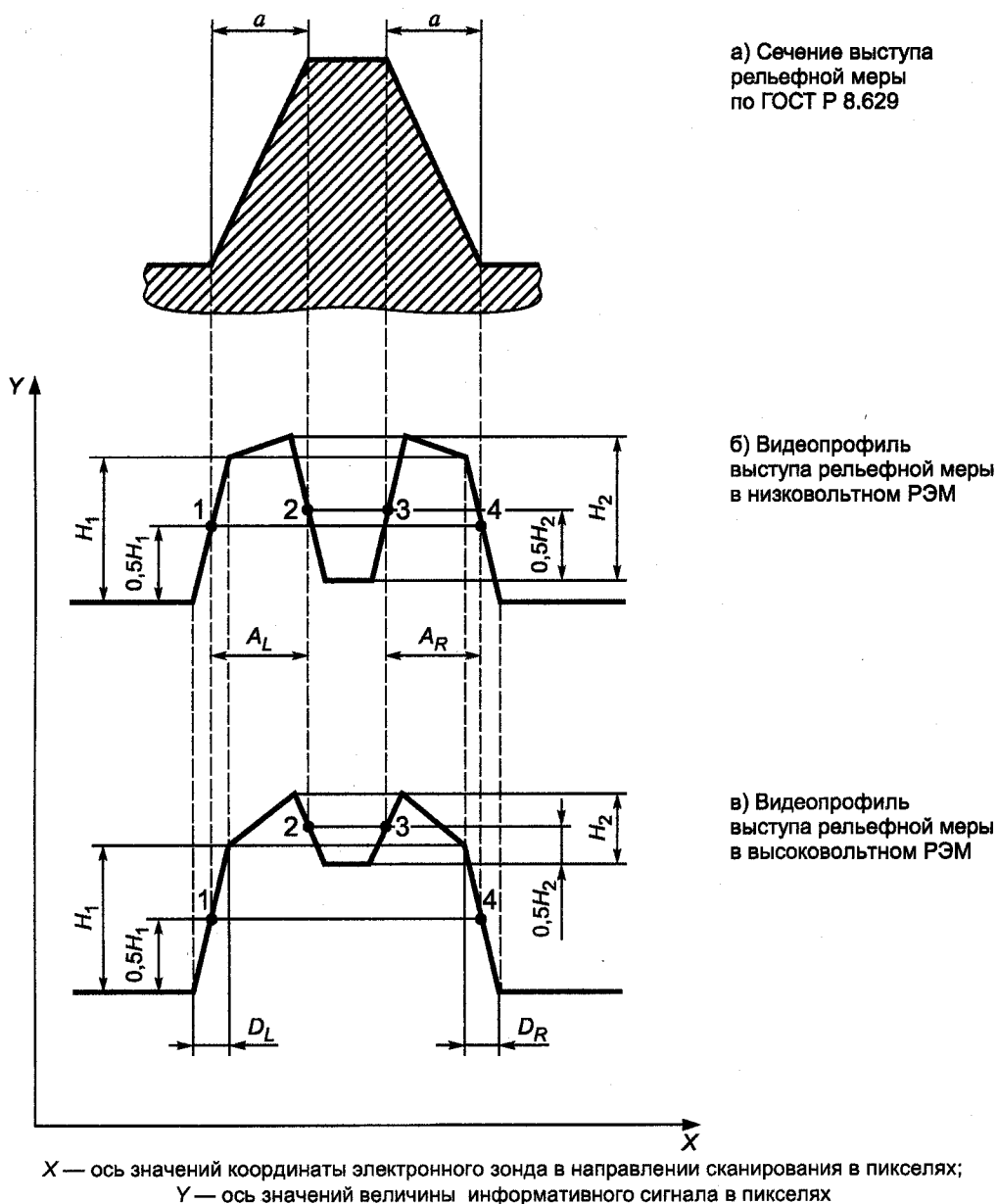


Рисунок 1 — Сечение выступа рельефной меры и его видеопрофили, полученные с помощью РЭМ различных типов

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплекта поставки РЭМ данным, приведенным в паспорте (формуляре);
- отсутствие механических повреждений всех составных частей РЭМ;
- отсутствие механических повреждений соединительных кабелей и сетевых разъемов;
- наличие маркировки на РЭМ и ее соответствие данным, приведенным в паспорте (формуляре).

8.2 Опробование

8.2.1 Рельефную меру устанавливают на рабочий стол РЭМ, подлежащего поверке.

8.2.2 В соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ проводят подготовительные операции, которые включают в себя откачку воздуха из камеры образцов РЭМ, установку ускоряющего напряжения

и режимов работы осветительной системы РЭМ, юстировку электронного зонда РЭМ в режиме регистрации МВЭ. Ускоряющее напряжение должно обеспечивать необходимые условия функционирования низковольтного или высоковольтного РЭМ.

8.2.3 При значениях электронно-оптического увеличения РЭМ от 20 до 100 определяют ту область на рабочем столе РЭМ, где расположена рельефная мера.

8.2.4 Постепенно повышают электронно-оптическое увеличение РЭМ и при этом на каждом этапе производят фокусировку электронного зонда в соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ. Повышение электронно-оптического увеличения РЭМ прекращают при появлении на экране монитора микроскопа видеоизображения выступа, который указан в паспорте (формуляре) рельефной меры в качестве исследуемого элемента для поверки РЭМ. Схема наблюдаемых в режиме регистрации МВЭ видеопрофилей для выступа с трапециевидным профилем, сечение которого изображено на рисунке 1а), приведена на рисунке 1б) — для низковольтного РЭМ и на рисунке 1в) — для высоковольтного РЭМ. На рисунке 1 также приведены обозначения параметров, характеризующих геометрическую форму и размеры выступа.

П р и м е ч а н и е — Значение электронно-оптического увеличения РЭМ должно обеспечивать получение изображений, которые позволяют определить значения параметров, приведенных на рисунке 1б) и в).

8.2.5 Проверяют установку рельефной меры на рабочем столе РЭМ в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. При этом проверяют:

- параллельность вертикальной оси изображения относительно перпендикуляра к поверхности рельефной меры. Для обеспечения параллельности поворачивают рельефную меру вокруг оси, перпендикулярной к плоскости ее поверхности, или осуществляют электронное вращение растра РЭМ, если такая возможность предусмотрена конструкцией РЭМ;
- параллельность плоскости рельефной меры относительно направления строчной развертки РЭМ, что подтверждается равенством отрезков D_L и D_R на видеопрофилях, приведенных на рисунке 1б) и в).

П р и м е ч а н и е — Процедура проверки установки рельефной меры на рабочем столе РЭМ зависит от его конструкции и используемого типа катода для получения электронного зонда. В качестве операций, которые проводят при такой проверке, могут быть настройка соответствующего значения тока зонда, компенсация астигматизма, настройка тока объективной линзы, юстировка объективной диафрагмы и др. Поэтому для каждого конструктивного исполнения РЭМ целесообразно разработать методику проверки установки рельефной меры, определяющую последовательность операций и визуальные критерии оптимальной фокусировки электронного зонда.

8.2.6 Если после проверки по 8.2.5 не получены положительные результаты, то рельефную меру перемещают на рабочем столе РЭМ по линии элемента рельефа на расстояние, соответствующее размеру изображения. После этого операции по 8.2.3—8.2.5 повторяют.

П р и м е ч а н и е — Необходимость перемещения объекта характерна для РЭМ с паромасляной системой откачки, в которых за время выполнения операций по 8.2.4 может произойти нарастание слоя загрязнений, искажающего размеры элементов рельефной меры. В высоковакуумных РЭМ и РЭМ с безмасляной откачкой этот эффект значительно слабее. Необходимость перемещения устанавливают экспериментально на этапе подготовки к поверке. При оформлении результатов поверки делают запись о выполнении операций по 8.2.5 и 8.2.6.

8.3 Определение метрологических характеристик

В соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ выполняют сканирование исследуемого элемента рельефной меры. Видеопрофиль выступа рельефной меры представлен на рисунке 1б) и в).

8.4 Оформление протокола поверки

Результаты измерений параметров рельефной меры, приведенных на рисунке 1б) и в), оформляют в виде протокола. Форма протокола — произвольная.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Вычисление координат контрольных точек на видеопрофиле информативного сигнала микроскопа

Для поверки РЭМ используют расстояние в направлении сканирования в пикселях между контрольными точками, которое не зависит от эффективного диаметра электронного зонда при выполнении условия по 7.3. Расположение контрольных точек 1—4 на видеопрофиле информативного сигнала приведено на рисунке 1б) и в).

Ординату контрольной точки 1 вычисляют как полусумму ординат точек первого и второго изломов в направлении сканирования $0,5 H_1$ пиксель.

Ординату контрольной точки 2 вычисляют как полусумму ординат точек третьего и четвертого изломов в направлении сканирования $0,5 H_2$ пиксель.

Ординату контрольной точки 3 вычисляют как полусумму ординат точек пятого и шестого изломов в направлении сканирования $0,5 H_2$ пиксель.

Ординату контрольной точки 4 вычисляют как полусумму ординат точек седьмого и восьмого изломов в направлении сканирования $0,5 H_1$ пиксель.

По вычисленным значениям ординат определяют соответствующие им значения абсцисс контрольных точек 1—4.

9.2 Вычисление значений вспомогательных отрезков

Значения вспомогательных отрезков для низковольтных или высоковольтных РЭМ определяют по значениям абсцисс контрольных точек, вычисленных по 9.1:

A_L, A_R — разность значений абсцисс второй и первой контрольных точек и четвертой и третьей контрольных точек соответственно в пикселях;

D_L, D_R — разность значений абсцисс второго и первого изломов и восьмого и седьмого изломов на видеопрофиле соответственно в пикселях.

9.3 Вычисление масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ

Масштабный коэффициент видеоизображения m , нм/пиксель, вычисляют по формуле

$$m = \frac{2a}{A_L + A_R},$$

где a — значение проекции наклонной стенки выступа, приведенное в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;

A_L, A_R — расстояния между контрольными точками, вычисленные по 9.2, пиксель.

9.4 Вычисление эффективного диаметра электронного зонда РЭМ

Эффективный диаметр электронного зонда РЭМ d , нм, вычисляют по формуле

$$d = \frac{m(D_L + D_R)}{2},$$

где m — масштабный коэффициент видеоизображения, вычисленный по 9.3, нм/пиксель;

D_L, D_R — расстояния между контрольными точками, вычисленные по 9.2, пиксель.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Результаты поверки оформляют в виде свидетельства установленной формы, соответствующей записью в паспорте (формуляре) на РЭМ и нанесением оттиска поверительного клейма по формам, установленным в [6], [7].

10.2 На оборотной стороне свидетельства о поверке и в паспорте (формуляре) на РЭМ должны быть указаны значения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ m и эффективного диаметра электронного зонда d .

Библиография

- | | |
|---|---|
| [1] ПР 50.2.012—94 | Государственная система обеспечения единства измерений.
Порядок аттестации поверителей средств измерений |
| [2] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей (утверждены приказом Минэнерго России от 13.01.2003 г. № 6; зарегистрированы Минюстом России 22.01.2003 г., рег. № 4145) | |
| [3] ПОТ РМ-016—2001
РД 153.34.0-03.150-00 | Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок |
| [4] Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы СанПиН 2.2.4.1191-03 | Электромагнитные поля в производственных условиях |
| [5] Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 | Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы |
| [6] ПР 50.2.006—94 | Государственная система обеспечения единства измерений.
Порядок проведения поверки средств измерений |
| [7] ПР 50.2.007—2001 | Государственная система обеспечения единства измерений.
Поверительные клейма |

УДК 531.711.7.089:006.354

ОКС 17.040.01

Т88.1

Ключевые слова: длина, рельефные меры нанометрового диапазона, растровые электронные измерительные микроскопы, методика поверки

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 14.06.2007. Подписано в печать 16.07.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 154 экз. Зак. 521.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.