
Федеральное агентство по техническому регулированию
и метрологии

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

ГОСТ Р
*(ПРОЕКТ,
ПЕРВАЯ
РЕДАКЦИЯ)*

**Государственная система обеспечения единства
измерений**

**МИКРОСКОПЫ ЭЛЕКТРОННЫЕ
РАСТРОВЫЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ**

Методика поверки

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения

ГОСТ Р
*(проект, первая
редакция)*

ПРЕДИСЛОВИЕ

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Научно-исследовательский центр по исследованию свойств поверхности и вакуума»

2 ВНЕСЕН ТК по стандартизации № 441 «Научные технологии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от _____ № _____

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 органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет.

© ИПК Издательство стандартов, 200__

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения национального органа Российской Федерации по стандартизации

Содержание

1	Область применения.....	1
2	Нормативная ссылка.....	2
3	Термины и определения.....	2
4	Средство поверки микроскопов.....	7
5	Порядок проведения измерений при поверке микроскопов.....	8
6	Порядок обработки результатов измерений.....	11
7	Оформление результатов поверки.....	13
	Приложение А.....	14
	Библиография.....	16

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.
Verification procedure

Дата введения _____

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает методику поверки измерительных растровых электронных микроскопов (далее - микроскопы), применяемых для измерений линейных размеров в диапазоне от 10^{-9} до 10^{-6} м.

Настоящий стандарт предназначен для применения при проведении всех видов поверок микроскопов в сфере государственного метрологического контроля (надзора) и может быть использован при калибровке микроскопов (см. приложение А).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ Р Меры рельефные нанометрового диапазона. Общие требования
- ГОСТ Р Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика поверки.

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации 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 документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ 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 термины по ГОСТ 21006, а также 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, пункт 3]

3.2 рельеф поверхности твердого тела (рельеф поверхности): Экспериментально наблюдаемая поверхность твердого тела, отклонения которой от идеально плоской поверхности обусловлены естественными причинами или специальной обработкой.

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

3.4 растровый электронный микроскоп измерительный (измерительный РЭМ): РЭМ, имеющий нормированные метрологические характеристики, предназначенный для измерения линейных размеров элементов рельефа поверхности образца и (или) расстояния между ними

3.5

ускоряющее напряжение электронного микроскопа (ускоряющее напряжение): Разность потенциалов, определяющая энергию электронов в осветительной системе электронного микроскопа

[ГОСТ 21006-75, пункт 47]

3.6

изображение во вторичных электронах: Изображение, сформированное в растровом электронном микроскопе с использованием вторичных электронов от объекта.

[ГОСТ 21006-75, пункт 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, пункт 25]

3.8

электроннооптическое увеличение электронного микроскопа: Отношение линейного размера изображения, полученного непосредственно в электронном микроскопе, к линейному размеру соответствующего элемента объекта.

[ГОСТ 21006-75, пункт 50]

3.9 пиксель: Наименьший дискретный элемент изображения, получаемый при математической обработке информативного сигнала.

3.10 видеоизображение 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 величины сигнала в соответствующей точке матрицы.

Примечание - Яркость пикселя определяется силой света, излучаемой им в направлении глаза наблюдателя.

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

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

Примечание - Масштабный коэффициент определяют для каждого конкретного экземпляра микроскопа.

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

Примечание Рельефная мера может быть изготовлена искусственно средствами микро- и нанотехнологии или представлять собой специально обработанный естественный объект.

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

3.15 геометрический профиль элемента рельефа: Стороны плоской геометрической фигуры, которая наиболее адекватно аппроксимирует форму сечения элемента рельефа плоскостью, перпендикулярной рельефу поверхности.

3.16 элемент рельефа в форме выступа (выступ): Элемент рельефа, расположенной выше, чем прилегающие области.

3.17 геометрическая форма элемента рельефа: Геометрическая фигура, которая характеризует форму геометрического профиля элемента рельефа.

Примечание - Например, трапецеидальный выступ - элемент рельефа поверхности, геометрический профиль которого наиболее адекватно описывается трапецией.

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

3.19 низковольтный растровый электронный микроскоп (низковольтный РЭМ): РЭМ с ускоряющим напряжением не более 2 кВ.

3.20 высоковольтный растровый электронный микроскоп (высоковольтный РЭМ): РЭМ с ускоряющим напряжением не менее 15 кВ.

3.21 сканирование элемента исследуемого объекта в РЭМ (сканирование): Осуществление с помощью отклоняющей системы РЭМ перемещения электронного зонда вдоль выбранного отрезка на исследуемом объекте с одновременной регистрацией информативного сигнала.

3.22 медленные вторичные электроны (МВЭ): Группа вторичных электронов, возникающая в результате взаимодействия электронного зонда с исследуемым объектом, энергия которых не превышает 50 эВ ($\approx 8 \cdot 10^{-18}$ Дж).

3.23 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 СРЕДСТВО ПОВЕРКИ МИКРОСКОПОВ

4.1 Поверку микроскопов осуществляют с помощью поверенной меры рельефной нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов (далее- рельефная мера), линейные размеры и материал для изготовления которой соответствуют требованиям ГОСТ Р .

Сечение выступа с трапецеидальным профилем приведено на рисунке 1а.

4.2 Для поверки РЭМ применяют поверенную по ГОСТ Р рельефную меру, а в качестве исследуемого элемента используют указанный в ее паспорте выступ с трапецеидальным профилем и известным значением проекции боковой стенки на плоскость нижнего основания a . В зависимости от величины ожидаемого эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d используют рельефную меру, для которой

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

5 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ ПОВЕРКЕ МИКРОСКОПОВ

5.1 Рельефную меру устанавливают на рабочий стол РЭМ подлежащего поверке.

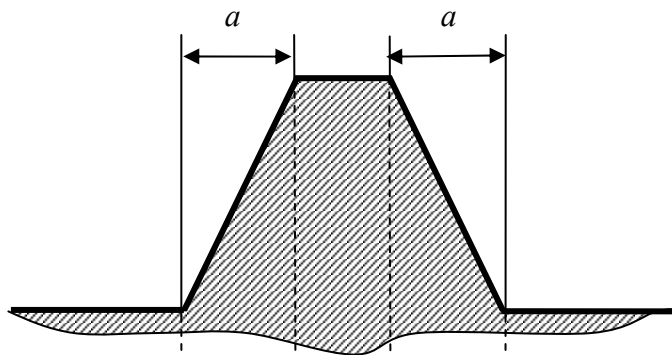
5.2 В соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ производят подготовительные операции, которые включают откачку воздуха из камеры образцов РЭМ, установку ускоряющего напряжения и режимов осветительной системы РЭМ, юстировку электронного зонда РЭМ в режиме регистрации МВЭ. При выборе ускоряющего напряжения руководствуются тем, чтобы были реализованы условия низковольтного РЭМ или высоковольтного РЭМ.

5.3 При значениях электроннооптического увеличения РЭМ от 20 до 100 находят область на рабочем столе микроскопа, где расположена рельефная мера.

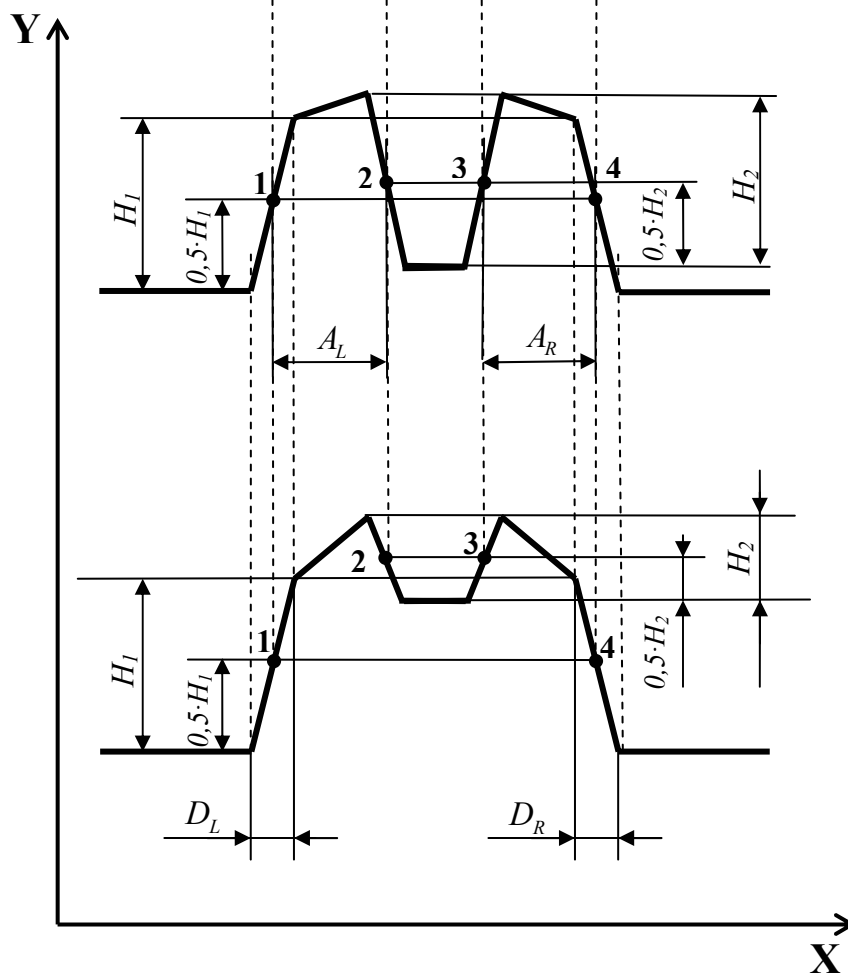
5.4 Ступенчато повышают электроннооптическое увеличение РЭМ и при этом на каждом этапе производят фокусировку электронного зонда в соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ. Повышение электроннооптического увеличения РЭМ прекращают при получении на экране монитора микроскопа видеоизображения выступа, который указан в паспорте рельефной меры в качестве исследуемого элемента для поверки микроскопов.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

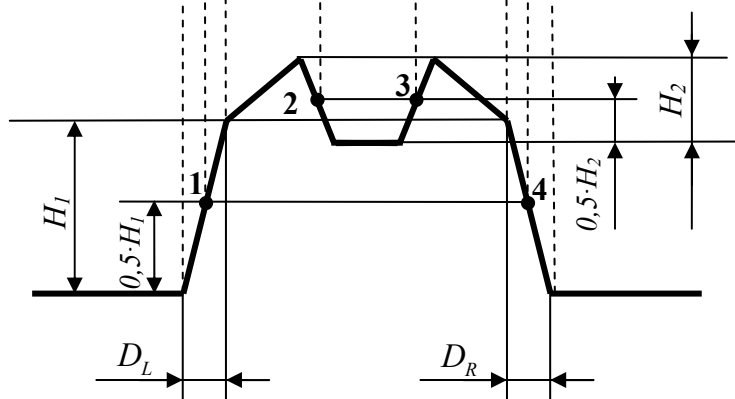
а – сечение выступа рельефной меры по ГОСТ Р



б – видеопрофиль выступа рельефной меры, полученный в низко-вольтном РЭМ



в – видеопрофиль выступа рельефной меры, полученный в высоко-вольтном РЭМ



X – ось значений координаты электронного зонда в направлении сканирования в пикселях

Y – ось значений величины информативного сигнала в пикселях

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

ГОСТ Р
*(проект, первая
редакция)*

Схематические изображения наблюдаемых в режиме регистрации МВЭ видеопрофилей для выступа с трапецеидальным профилем, сечение которого показано на рисунке 1а, приведены на рисунке 1б для низковольтного РЭМ и на рисунке 1в для высоковольтного РЭМ. На этих же рисунках приведено обозначения параметра, характеризующих геометрическую форму и размеры выступа.

Примечание – Величину электроннооптического увеличения РЭМ выбирают таким, чтобы полученные изображения позволяли определить значения параметров, приведенных на рисунках 1б и 1в.

5.5 Проводят проверку установки рельефной меры на рабочем столе микроскопа в соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ. При этом проверяют:

параллельность вертикальной оси изображения относительно перпендикуляра к поверхности рельефной меры. Для достижения такой параллельности возможно осуществить поворот рельефной меры вокруг оси, перпендикулярной к плоскости ее поверхности, или электронное вращение раstra РЭМ, если такая возможность предусмотрена в конструкции РЭМ;

параллельность плоскости рельефной меры относительно направления строчной развертки РЭМ, что подтверждается равенством отрезков D_L и D_R на видеопрофилях, приведенных на рисунках 1б и 1в.

Примечание – Процедура проверки установки рельефной меры на рабочем столе микроскопа зависит от конструкции РЭМ и используемого типа катода для получения электронного зонда. В качестве операций, которые проводят при такой проверке, могут быть настройка величины тока зонда, компенсация астигматизма, настройка тока объективной линзы, юстировка объективной диафрагмы и другие. Поэтому для каждого конструктивного исполнения РЭМ целесообразно разработать методику проверки установки рельефной меры, определяющую последовательность операций и визуальные критерии оптимальной фокусировки электронного зонда.

5.6 В случае, если в процессе проверки по 5.5 не получены положительные результаты, то рельефную меру перемещают на рабочем столе микроскопа по направлению протяженной линии элемента рельефа на расстояние, соответствующее размеру изображения. При этом операции по 5.3 – 5.5 повторяют в направлении линий рельефной меры.

Примечание – Необходимость перемещения объекта характерно для РЭМ с паромасляной системой откачки, в которых за время выполнения операций по 5.4 возможно нарастание слоя загрязнений, искажающего размеры элементов рельефной меры. В высоковакуумных РЭМ и РЭМ с безмасляной откачкой этот эффект значительно слабее. Необходимость выполнения перемещения устанавливают экспериментально на этапе подготовки к поверке. При оформлении результатов поверки делается запись о необходимости выполнения операции по 5.5 и 5.6.

5.7 В соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ выполняют сканирование исследуемого элемента рельефной меры.

5.8. Результаты измерений параметров рельефной меры, приведенных на рисунках 1б и 1в, оформляют в соответствии с [1].

6 ПОРЯДОК ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 Вычисление координат контрольных точек на видеопрофиле информативного сигнала микроскопа

Для проведения поверки микроскопа используют расстояние в направлении сканирования в пикселях между контрольными точками, которое не зависит от эффективного диаметра электронного зонда при выполнении условия по 4.2.

Расположение контрольных точек 1 – 4 на видеопрофиле информативного сигнала приведено на рисунках 1б и 1в.

ГОСТ Р
*(проект, первая
редакция)*

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

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

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

Ординату контрольной точки 4 вычисляют полусуммой 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.

6.2 Вычисление величин вспомогательных отрезков

Величины вспомогательных отрезков для низковольтных или высоковольтных РЭМ определяют по значениям абсцисс контрольных точек, вычисленных по 6.1:

A_L, A_R – соответственно разность значений абсцисс второй и первой контрольных точек и четвертой и третьей контрольных точек, пиксель;

D_L, D_R – соответственно разность значений абсцисс второго и первого изломов и восьмого и седьмого изломов на видеопрофиле, пиксель.

6.3 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 трапецеидального выступа, приведенное в паспорте рельефной меры, нм;

6.4 Вычисление эффективного диаметра электронного зонда РЭМ

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

$$d = mD$$

где m – масштабный коэффициент видеоизображения, вычисленный по 6.3, нм/пиксель;

$D = (D_L + D_R)/2$, D_L, D_R - расстояние между контрольными точками по 6.2, пиксель.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки оформляют выдачей свидетельства установленной формы или записью в паспорте микроскопа и нанесением оттиска поверительного клейма, по формам, установленным в [1,2].

7.2. В свидетельстве о поверке и паспорте микроскопа должны быть указаны значения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ m и значение эффективного диаметра электронного зонда d .

Приложение А
(обязательное)

Калибровка микроскопов электронных растровых измерительных

1. Микроскопы, не подлежащие государственному контролю и надзору, должны подвергаться периодической калибровке.
2. Калибровку микроскопов проводят аккредитованные на право проведения таких работ государственные научные метрологические центры и органы Государственной метрологической службы России, а также метрологические службы юридических лиц, аккредитованные в соответствии с [3].
3. Для калибровки микроскопов используют средства по пп. 4.1-4.2 настоящего стандарта.
4. Порядок проведения измерений при калибровке микроскопов должен соответствовать пп. 5.1-5.7 настоящего стандарта. Результаты измерений оформляют в соответствии с [4].
5. Порядок обработки результатов при калибровке микроскопов должен соответствовать пп. 6.1-6.4 настоящего стандарта.
6. Межкалибровочный интервал устанавливают по результатам исследования изменения со временем метрологических характеристик конкретного типа микроскопа, но не более 1 года.
7. Для калибровки конкретного экземпляра микроскопа в соответствии с [4] разрабатывают соответствующую нормативную документацию, учитывающую конкретную специфику средства измерения, но не противоречащую пп. 3 – 5 настоящего приложения.
8. Результаты калибровки оформляют в соответствии с [4], удостоверяют ка-

либровочным знаком, наносимым на средство измерения или сертификатом о калибровке, а также записью в эксплуатационных документах.

Библиография

- | | |
|-------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| [1] Правила по метрологии. ПР 50.2.006-94 | Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений |
| [2] Правила по метрологии. ПР 50.2.007 | Государственная система обеспечения единства измерений. Поверительные клейма |
| [3] Правила по метрологии. ПР 50.2.018-95 | Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок аккредитации метрологических служб юридических лиц на право проведения калибровочных работ |
| [4] Правила по метрологии. ПР 50.2.016-94 | Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к выполнению калибровочных работ |

УДК 531.711.7.089

ОКС 17.040.01

Ключевые слова: длина, меры рельефные нанометрового диапазона, микроскопы электронные растровые измерительные, диапазон измерений от 10^{-9} до 10^{-6} м, методика поверки

Руководитель организации-разработчика,
генеральный директор ОАО «Научно-исследовательский центр по исследованию свойств поверхности и вакуума» (ОАО «НИЦПВ»),
доктор физ.-мат.наук, профессор _____ П.А.Тодуа
«___» _____ 200_ г.

Главный метролог ОАО «НИЦПВ» _____ Ю.П.Фролов

Руководитель разработки
гл.научный сотрудник ОАО «НИЦПВ»,
доктор физ.-мат.наук, профессор _____ А.В.Раков

Исполнитель
гл.научный сотрудник ОАО «НИЦПВ»,
доктор физ.-мат.наук, профессор _____ М.Н.Филиппов