
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
8.636—
2007

Государственная система обеспечения
единства измерений

**МИКРОСКОПЫ ЭЛЕКТРОННЫЕ
РАСТРОВЫЕ**

Методика калибровки

БЗ 11—2007/372

Москва
2008

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» и государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский физико-технический институт (государственный университет)»

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 ноября 2007 г. № 319-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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Технические требования	3
5 Требования к квалификации калибровщиков	3
6 Требования по обеспечению безопасности	3
7 Подготовка к процедуре калибровки	3
8 Процедура проведения измерений	6
9 Обработка результатов измерений	6
10 Оценка неопределенности измерений параметров	6
11 Оформление результатов калибровки	7
Библиография	7

Государственная система обеспечения единства измерений

МИКРОСКОПЫ ЭЛЕКТРОННЫЕ РАСТРОВЫЕ

Методика калибровки

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

Дата введения — 2008—08—01

1 Область применения

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

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 документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (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 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]

* ГОСТ Р ИСО 14644-1—2000 отменен; с 01.04.2004 г. действует ГОСТ ИСО 14644-1—2002.

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

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

3.5

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

3.6

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]

3.7

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]

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

3.9 **изображение на экране монитора РЭМ (видеоизображение)**: Изображение на экране монитора РЭМ 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.

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

3.11 **масштабный коэффициент видеоизображения РЭМ (масштабный коэффициент)**: Отношение значения длины исследуемого элемента рельефа 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 РЭМ.

3.12 **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 нанотехнологии или представлять собой специально обработанный объект естественного происхождения.

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

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

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

Пример — Трапецеидальный выступ, представляющий собой элемент рельефа поверхности, геометрическая форма минимального по площади сечения которого наиболее адекватно аппроксимируется трапецией.

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

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

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

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

3.20 **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).

3.21 **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 Технические требования

4.1 Требования к неопределенностям измерений параметров, определяемых в процессе калибровки

4.1.1 Суммарная стандартная неопределенность измерения масштабного коэффициента видеозаписи РЭМ m должна быть не более 0,01 нм/пиксель.

4.1.2 Суммарная стандартная неопределенность измерения эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d должна быть не более 1 нм.

4.2 Требования к средству калибровки

4.2.1 Калибровку РЭМ проводят с помощью рельефной меры нанометрового диапазона (далее — рельефная мера), изготовленной по ГОСТ Р 8.628 и поверенной по ГОСТ Р 8.629.

4.2.2 Допускается применять другие средства калибровки, точность которых соответствует требованиям настоящего стандарта.

4.3 Требования к условиям проведения калибровки

4.3.1 Калибровку РЭМ проводят в следующих условиях:

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

4.3.2 Помещение (зона), где размещен РЭМ и средства его калибровки, должно быть в эксплуатационном 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.

5 Требования к квалификации калибровщиков

Калибровку РЭМ должны проводить штатные сотрудники метрологических служб предприятий, аккредитованных в установленном порядке на проведение калибровочных работ по [1]. Сотрудники должны быть профессионально подготовлены, иметь опыт работы с РЭМ и знать требования настоящего стандарта. Рабочие места калибровщиков должны быть аттестованы по условиям труда в соответствии с требованиями трудового законодательства.

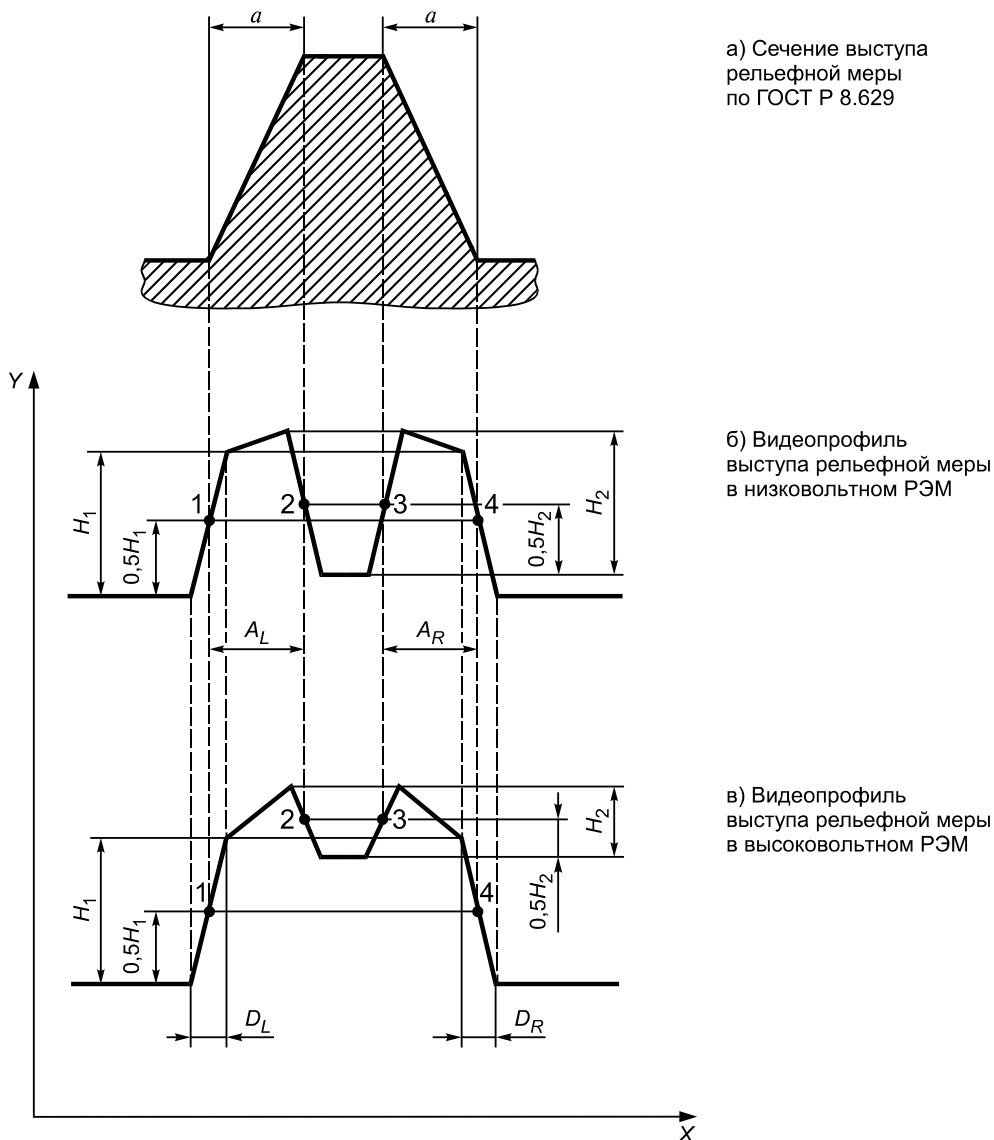
6 Требования по обеспечению безопасности

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

7 Подготовка к процедуре калибровки

7.1 Подготовку к процедуре калибровки РЭМ проводят следующим образом:

- выбирают необходимую для калибровки РЭМ рельефную меру по 4.2.1, сечение выступа которой приведено на рисунке 1а). В качестве исследуемого элемента используют выступ, для которого в паспорте (формуляре) на меру приведено значение проекции боковой грани на плоскость нижнего основания a .



X — ось значений координаты электронного зонда в направлении сканирования в пикселях; Y — ось значений информативного сигнала в пикселях

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

В зависимости от ожидаемого значения эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d используют рельефную меру, для которой

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

- проводят осмотр футляра, в котором осуществлялось хранение и транспортирование рельефной меры, на отсутствие механических повреждений;
- проводят проверку соответствия комплекта поставки рельефной меры данным, приведенным в паспорте (формуляре) на рельефную меру;
- выдерживают выбранный экземпляр рельефной меры в помещении, где будет проведена калибровка РЭМ, не менее 24 ч;

- 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.

7.2 Выполняют операции, необходимые для подготовки РЭМ к работе, в соответствии с требованиями инструкции по его эксплуатации. При этом проводят внешний осмотр РЭМ, в процессе которого 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).

7.3 Устанавливают рельефную меру на рабочий стол РЭМ.

7.4 В соответствии с инструкцией по эксплуатации РЭМ проводят подготовительные операции, которые включают в себя откачку воздуха из камеры образцов, установку ускоряющего напряжения и режимов работы осветительной системы, юстировку электронного зонда в режиме регистрации МВЭ. Ускоряющее напряжение должно обеспечивать требуемые условия функционирования как низковольтного, так и высоковольтного РЭМ.

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

7.6 Постепенно повышают электронно-оптическое увеличение РЭМ и при этом на каждом этапе проводят 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 калибровки РЭМ. Схематическое изображение наблюдаемого в режиме регистрации МВЭ видеопрофиля для выступа с трапециевидальным профилем, сечение которого изображено на рисунке 1а), приведено 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.

Примечание — Значение электронно-оптического увеличения РЭМ должно обеспечивать получение изображений, которые позволяют определить значения параметров, приведенных на рисунке 1б) и в).

7.7 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 раstra 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).

Примечание — 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.

7.8 Если после проверки по 7.7 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 7.4 — 7.7 повторяют.

Примечание — Необходимость перемещения рельефной меры характерна для РЭМ с паромасляной системой откачки, в которых за время выполнения операций по 7.6 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 РЭМ к калибровке. В протоколе с результатами калибровки делают запись о выполнении операций по 7.7 и 7.8.

7.9 Настраивают видеоконтрольное устройство РЭМ таким образом, чтобы число пикселей в направлении сканирования было достаточным для того, чтобы можно было пренебречь значением неопределенности, обусловленным квантованием видеосигнала. Это достигается выбором соответствующих размеров изображения в пикселях и электронно-оптического увеличения микроскопа. Выбор увеличения осуществляют таким образом, чтобы видеофильм элемента, изображенного на рисунке 1а), имел вид, приведенный на

рисунке 1б) или в). При этом значения проекций наклонных стенок выступа A_L , A_R , измеренных по видео-профилю, должны быть не менее 200 пикселей.

8 Процедура проведения измерений

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

8.2 Результаты измерений параметров рельефной меры, приведенных на рисунке 1б) и в), оформляют в виде протокола калибровки. Форма протокола – произвольная. Протокол с результатами калибровки должен храниться как минимум до следующей калибровки РЭМ.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Вычисление координат контрольных точек на видеопрофиле информативного сигнала микроскопа

Для калибровки РЭМ используют расстояние в направлении сканирования в пикселях между контрольными точками, которое не зависит от эффективного диаметра электронного зонда при выполнении условия по 7.7.

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 $0,5 H_1$ в пикселях.

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

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

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

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 Оценка неопределенности измерений параметров

10.1 Суммарную стандартную неопределенность $u_c(m)$, нм/пиксель, измерения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ m вычисляют по формуле

$$u_c(m) = \frac{\sqrt{4u^2(a) + m^2(u^2(A_L) + u^2(A_R))}}{A_L + A_R},$$

где $u(a)$ — стандартная неопределенность измерения проекции наклонной стенки выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;

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

$u(A_L), u(A_R)$ — стандартные неопределенности измерений проекций наклонных стенок выступа по видеопрофилю, пиксель;

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

П р и м е ч а н и е — Если в паспорте (формуляре) на рельефную меру приведена абсолютная погрешность измерения проекции наклонной стенки выступа, то вычисление $u(a)$ осуществляют по [6]. При равномерном квантовании видеосигнала значения $u(A_L)$ и $u(A_R)$ принимают равными 0,5 пиксель.

10.2 Суммарную стандартную неопределенность $u_c(d)$, нм, измерения эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d , вычисляют по формуле

$$u_c(d) = \frac{1}{2} \sqrt{(D_L^2 + D_R^2)u_c^2(m) + 2m^2(u^2(D_L) + u^2(D_R))},$$

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

$u_c(m)$ — суммарная стандартная неопределенность измерения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ, вычисленная по 10.1, нм/пиксель;

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

$u(D_L), u(D_R)$ — стандартные неопределенности измерений расстояний между контрольными точками.

П р и м е ч а н и е — При равномерном квантовании видеосигнала значения $u(D_L)$ и $u(D_R)$ принимают равными 0,5 пиксель.

11 Оформление результатов калибровки

11.1 Результаты калибровки оформляют в виде сертификата о калибровке установленной формы [7] с соответствующей записью об этом в паспорте (формуляре) на РЭМ и удостоверяют калибровочным знаком, наносимым на РЭМ.

11.2 В сертификате о калибровке и в паспорте (формуляре) на РЭМ должны быть приведены значения масштабного коэффициента видеоизображения РЭМ m и эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d . Для перечисленных метрологических характеристик РЭМ необходимо также указать значения неопределенностей, вычисленных по разделу 10.

Библиография

- | | |
|---|--|
| [1] ПР 50.2.018—95 | Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок аккредитации метрологических служб юридических лиц на право проведения калибровочных работ |
| [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] РМГ 43—2001 | Государственная система обеспечения единства измерений. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений» |
| [7] ПР 50.2.016—94 | Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к выполнению калибровочных работ |

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