МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 8.593— 2009

Государственная система обеспечения единства измерений

МИКРОСКОПЫ СКАНИРУЮЩИЕ ЗОНДОВЫЕ АТОМНО-СИЛОВЫЕ

Методика поверки

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума» (Россия), Федеральным государственным учреждением «Российский научный центр «Курчатовский институт» (Россия) и Государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский физико-технический институт (государственный университет)» (Россия)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 11 ноября 2009 г. № 36)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 апреля 2010 г. № 57-ст

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2010, 2019

В Российской Федерации 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 1
4 Операции и средства поверки 2
5 Требования к квалификации поверителей 3
6 Требования безопасности 3
7 Условия поверки и подготовка к ней 3
8 Проведение поверки 4
9 Обработка результатов измерений 5
10 Оформление результатов поверки 6

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Государственная система обеспечения единства измерений

МИКРОСКОПЫ СКАНИРУЮЩИЕ ЗОНДОВЫЕ АТОМНО-СИЛОВЫЕ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements. Atomic-force scanning probe microscopes. Verification methods

Дата введения — 2010—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сканирующие зондовые атомно-силовые микроскопы (далее — микроскопы), применяемые для измерений линейных размеров в диапазоне от 10^{-9} до 10^{-6} м, и устанавливает методику их первичной и периодических поверок с использованием рельефных мер по ГОСТ 8.591 и ГОСТ 8.592.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.591 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика поверки

ГОСТ 8.592 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. 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.

* Действует ГОСТ Р ИСО 14644-1—2017.

Издание официальное

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

3.2 **элемент рельефа (поверхности):** Пространственно локализованная часть рельефа поверхности.

3.3 **сканирующий зондовый атомно-силовой микроскоп:** Зондовый атомно-силовой микроскоп с нормированными метрологическими характеристиками, предназначенный для измерения линейных размеров элементов рельефа поверхности и/или расстояний между ними путем сканирования поверхности острием зонда.

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

3.5 **сканирование (элемента исследуемого объекта):** Перемещение зонда микроскопа над выбранным элементом рельефа поверхности исследуемого объекта (или перемещение исследуемого объекта под зондом) с одновременной регистрацией информативного сигнала.

3.6 **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.

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

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

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

Примечание — Масштабный коэффициент определяют для каждого микроскопа.

3.9 **эффективный радиус (острия) зонда (микроскопа):** Радиус сферы, характеризующей геометрические размеры острия зонда микроскопа.

Примечание — Эффективный радиус зонда микроскопа определяют по значению радиуса сферы, вписанной в острие зонда при одновременном касании острия боковой грани выступа и дна канавки рельефной меры по ГОСТ 8.591.

3.10 **Z-сканер сканирующего зондового атомно-силового микроскопа (Z-сканер):** Устройство сканирующего зондового атомно-силового микроскопа, позволяющее в процессе сканирования перемещать зонд над поверхностью исследуемого объекта (или перемещать исследуемый объект под зондом) в вертикальном направлении.

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

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

3.13 **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.

4 Операции и средства поверки

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

Таблица 1 — Операции и применяемые средства поверки

Наименование операции	Номер подраздела настоящего стандарта	Наименование средства поверки и его основные технические и метрологические характеристики
Внешний осмотр	8.1	—

Окончание таблицы 1

Наименование операции	Номер подраздела настоящего стандарта	Наименование средства поверки и его основные технические и метрологические характеристики
Опробование	8.2	Вспомогательный оптический микроскоп (увеличение — не менее 400^{X})*. Рельефная мера, изготовленная по ГОСТ 8.592 и поверенная по ГОСТ 8.591
Определение метрологических характеристик	8.3	Рельефная мера, изготовленная по ГОСТ 8.592 и поверенная по ГОСТ 8.591
* Допускается при проведении операции «Опробывание» не использовать оптический микроскоп.		

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

5 Требования к квалификации поверителей

Поверку микроскопов должны проводить штатные сотрудники метрологической службы предприятия, аккредитованной в установленном порядке на право поверки средств измерений. Сотрудники должны иметь высшее образование, профессиональную подготовку, опыт работы со сканирующими зондовыми атомно-силовыми микроскопами и знать требования настоящего стандарта.

6 Требования безопасности

6.1 При поверке микроскопов необходимо соблюдать правила электробезопасности и требования к обеспечению безопасности на рабочих местах по ГОСТ 12.2.061.

6.2 Рабочие места поверителей должны быть аттестованы по условиям труда в соответствии с требованиями трудового законодательства.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки микроскопа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды ..... (20 ± 3) °С;
- относительная влажность воздуха ..... не более 80 %;
- атмосферное давление ..... (100 ± 4) кПа;
- напряжение питающей сети ..... (220 ± 22) В;
- частота питающей сети ..... (50,0 ± 0,4) Гц.

7.2 Помещение (зона), в котором размещают микроскоп и средства его поверки, должно быть в эксплуатируемом состоянии и обеспечивать класс чистоты не более класса 8 ИСО по взвешенным в воздухе частицам с размерами 0,5 и 5 мкм и концентрациями, определенными по ГОСТ ИСО 14644-1.

7.3 Подготовку к поверке микроскопа проводят следующим образом:

- выбирают для поверки микроскопа рельефную меру нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов (далее — рельефная мера), линейные размеры и материал для изготовления которой соответствуют требованиям ГОСТ 8.592. Рельефная мера должна быть поверена по ГОСТ 8.591. Сечение выступа рельефной меры приведено на рисунке 1;

- в качестве исследуемого элемента используют выступ, для которого в паспорте (формуляре) на меру приведены значения проекции боковой грани выступа на плоскость нижнего основания a, ширины нижнего основания выступа b_p и высоты выступа h. В зависимости от значения ожидаемого эффективного радиуса зонда микроскопа r используют рельефную меру, для которой

$$\frac{a}{2r} \geq 1{,}5; \qquad (1)$$

- проводят осмотр футляра, в котором осуществлялось хранение и транспортирование рельефной меры, на отсутствие механических повреждений;

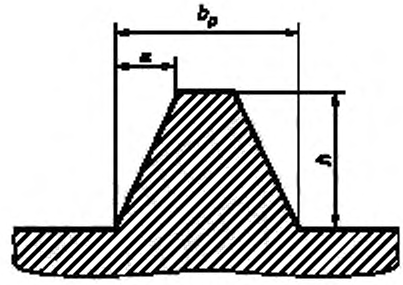

Рисунок 1 — Сечение исследуемого элемента рельефной меры

- 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 поверка микроскопа, 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 сухого воздуха.

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

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре микроскопа должно быть установлено:
- соответствие комплекта поставки микроскопа данным, приведенным в паспорте (формуляре);
- отсутствие механических повреждений всех составных частей микроскопа;
- отсутствие механических повреждений соединительных кабелей и сетевых разъемов;
- наличие маркировки на микроскопе и ее соответствие данным, приведенным в паспорте (формуляре).

8.2 Опробование

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

8.2.2 Зонд микроскопа устанавливают над поверхностью рельефной меры так, чтобы выступ, указанный в паспорте (формуляре) на эту меру в качестве исследуемого элемента, находился в пределах области сканирования.

При выполнении операции рекомендуется использовать вспомогательный оптический микроскоп.

8.2.3 В соответствии с инструкцией по эксплуатации микроскопа проводят операции, необходимые для приведения его в рабочее состояние (на мониторе микроскопа должен появиться информативный сигнал).

8.2.4 Настраивают устройство регистрации видеоизображения 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 видеоизображения в пикселях и выбором соответствующей настройки увеличения микроскопа. Выбор увеличения осуществляют таким образом, чтобы видеопрофиль элемента, изображенного на рисунке 1, имел вид, приведенный на рисунке 2. При этом:
- ширина нижнего основания видеопрофиля B_P должна быть не менее 0,4 общей длины видеопрофиля;
- проекция наклонной стенки видеопрофиля A_R и высота выступа по видеопрофилю H должны быть не менее 200 пикселей.

8.2.5 После завершения операции настройки устройства регистрации видеоизображения определяют значение в пикселях общей длины видеопрофиля в направлении сканирования. Это значение общей длины указывают в протоколе поверки.

8.3 Определение метрологических характеристик

8.3.1 В соответствии с инструкцией по эксплуатации микроскопа выполняют сканирование исследуемого элемента рельефной меры и записывают видеоизображение.

Видеопрофиль, приведенный на рисунке 2, соответствует элементу рельефа, изображенному на рисунке 1.

Значения параметров, указанных на рисунке 2, определяют экспериментально путем обработки полученного видеопрофиля.

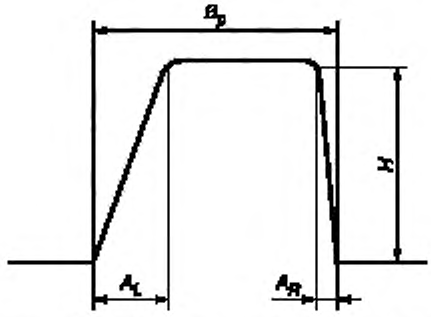

Рисунок 2 — Видеопрофиль (направление сканирования слева — направо)

8.3.2 При сканировании исследуемого элемента рельефной меры необходимо, чтобы наклон зонда микроскопа (если имеется) был расположен в плоскости, перпендикулярной к направлению перемещения зонда.

Наклон зонда должен быть не более 20°. При соблюдении дополнительного условия ортогональности вертикального перемещения зонда регистрируемая кривая будет симметричной и $A_L = A_R$.

Примечание — Если значения A_L и A_R не равны, то это указывает на неортогональность вертикального перемещения зонда и необходимость определения значения отклонения Z-сканера поверяемого микроскопа по 9.4.

8.4 Оформление протокола поверки

Результаты измерений параметров рельефной меры, приведенных на рисунке 2, оформляют в виде протокола. В протокол также записывают значение общей длины видеопрофиля, определенное по 8.2.5. Форма протокола — произвольная.

Протокол с результатами измерений должен храниться как минимум до следующей поверки микроскопа.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Вычисление масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа

Масштабный коэффициент видеоизображения микроскопа m_x, нм/пиксель, вдоль направления сканирования вычисляют по формуле

$$m_x = \frac{a}{A_R}, \tag{2}$$

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

A_R — значение проекции наклонной стенки рельефной меры, измеренное по видеопрофилю, пиксель.

Примечание — При вычислении масштабного коэффициента видеоизображения используют значение проекции наклонной стенки A_R, соответствующее движению сканера от вершины выступа к дну канавки. Это значение при выполнении условия по 8.3.2 не зависит от угла наклона зонда микроскопа.

9.2 Вычисление эффективного радиуса острия зонда микроскопа

Эффективный радиус острия зонда микроскопа r, нм, вычисляют по формуле

$$r = 0{,}966(m_x B_p - b_p), \quad (3)$$

где m_x — масштабный коэффициент видеоизображения микроскопа, вычисленный по 9.1, нм/пиксель;
B_p — ширина нижнего основания, измеренная по видеопрофилю, пиксель;
b_p — ширина нижнего основания выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм.

9.3 Вычисление цены деления вертикальной шкалы микроскопа

Цену деления вертикальной шкалы микроскопа m_z, нм/пиксель, вычисляют по формуле

$$m_z = \frac{h}{H}, \quad (4)$$

где h — высота выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;
H — высота выступа рельефной меры, измеренная по видеопрофилю, пиксель.

9.4 Вычисление относительного отклонения Z-сканера микроскопа от ортогональности

Если значение A_L не равно A_R в пределах заданной точности измерений, то относительное отклонение Z-сканера микроскопа от ортогональности по отношению к направлению сканирования Z_x (безразмерная величина) вычисляют по формуле

$$Z_x = \frac{m_x (A_L - A_R)}{2Hm_z}, \quad (5)$$

где m_x — масштабный коэффициент видеоизображения микроскопа, вычисленный по 9.1, нм/пиксель;
A_L, A_R — проекции наклонных стенок рельефной меры в направлении слева направо, пиксели;
H — высота выступа рельефной меры, измеренная по видеопрофилю, пиксель;
m_z — цена деления вертикальной шкалы микроскопа, вычисленная по 9.3, нм/пиксель.

9.5 Погрешности измерений

Погрешности измерений метрологических характеристик микроскопа, вычисленных по формулам (2) — (5), составляют:
- для m_x и m_z — абсолютные погрешности измерений — не более ± 0,02 нм/пиксель;
- для z_x и r — относительные погрешности измерений — не более ± 6 %.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Результаты поверки оформляют в виде свидетельства установленной формы, внесением соответствующей записи в паспорт (формуляр) микроскопа и удостоверяют оттиском поверительного клейма, наносимого на микроскоп.

10.2 На оборотной стороне свидетельства о поверке и в паспорте (формуляре) микроскопа должны быть приведены:

- значение общей длины видеопрофиля, определенное по 8.2.5;
- значения масштабного коэффициента видеоизображения микроскопа m_x, цены деления вертикальной шкалы микроскопа m_z, значения относительного отклонения Z-сканера микроскопа от ортогональности по отношению к направлению сканирования Z_x и значение эффективного радиуса острия зонда r.

Для перечисленных метрологических характеристик микроскопа необходимо также указать значения погрешностей измерений, приведенные в подразделе 9.5 настоящего стандарта.

УДК 531.711.7.089:006.354 МКС 17.040.01

Ключевые слова: длина, рельефные меры нанометрового диапазона, сканирующие зондовые атомно-силовые микроскопы, методика поверки

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва. Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru