

УТВЕРЖДАЮ  
Руководитель ГЦИ СИ ОАО«НИЦПВ»

А.Ю.Кузин

2015 г.



Микроскопы электронные растровые JSM-6x10x  
(модификации JSM-6010LV, JSM-6010LA, JSM-6010PLUS/LV, JSM-6010PLUS/LA,  
JSM-6510PLUS, JSM-6510PLUS/A, JSM-6510PLUS/LV, JSM-6510PLUS/LA)  
фирмы JEOL Ltd., Япония

Методика поверки

1.р.60728-15

Москва,  
2015 г.

## **1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящая методика распространяется на микроскопы электронные растровые JSM-6x10x (модификации JSM-6010LV, JSM-6010LA, JSM-6010PLUS/LV, JSM-6010PLUS/LA, JSM-6510PLUS, JSM-6510PLUS/A, JSM-6510PLUS/LV, JSM-6510PLUS/LA) фирмы JEOL Ltd., Япония, (далее – микроскопы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

## **2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**

В настоящей методике использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные 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 трапецидальным профилем элементов. Методика поверки.

ГОСТ Р 8.736-2011. Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения.

## **3 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ**

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

№ п/ п	Наименование операций	Раздел	Обязательность проведения операций при	
			первой проверке	периодической проверке
1	Внешний осмотр, проверка комплектности.	8.1	да	да
2	Проверка работоспособности микроскопа, проверка программного обеспечения.	8.2	да	да
4	Определение пространственного разрешения микроскопа.	8.3.1	да	да
5	Определение погрешности измерений линейных размеров.	8.3.2	да	да
6	Идентификация программного обеспечения.	8.3.3	да	да

## **4 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ**

4.1 При проведении поверки применяются средства измерений и образцы, указанные в таблице 2.

Таблица 2. Средства измерений и стандартные образцы, используемые при поверке.

Номер пункта по методике поверки	Обозначение образца в данной методике поверки	Марка или химический состав стандартного образца	Производитель или нормативный документ
8.2 8.3.1	ПО-1	Образец - островковая пленка золота на углероде GOLD ON CARBON TEST SPEC SM 1501	Фирма SPI Supplies / Structure Probe, Inc., США
8.3.2	ПО-2	Мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К	Изготовленная по ГОСТ Р 8.628-2007 и поверенная по ГОСТ Р 8.629-2007.

4.2 Допускается использование других средств поверки, по характеристикам не уступающим указанным.

## 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают требования ГОСТ 12.3.019-80. Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы с микроскопами электронными растровыми;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации микроскопа и методику его поверки.

## 7 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

7.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- диапазон температур окружающей среды, °C от 15 до 27;
- относительная влажность воздуха, %, не более 60;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 107;
- напряжение питания от сети переменного тока частотой  $(50/60 \pm 1)$  Гц, В 220  $\pm$  22.

7.2 Подготовку микроскопа к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.3 Перед проведением поверки микроскоп должен быть полностью включен в соответствии с инструкцией по эксплуатации и выдержан во включенном состоянии не менее 24 часов.

## **8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### **8.1 Внешний осмотр, проверка комплектности**

8.1.1 При проведении внешнего осмотра и проверке комплектности должно быть установлено соответствие микроскопа следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, порядковый номер, год изготовления;
- прочность закрепления, плавность действия и обеспечение надежности фиксации всех органов управления;
- соответствие функциональному назначению и четкость всех надписей на органах управления и индикации;
- наружная поверхность не должна иметь следов механических повреждений, которые могут влиять на работу микроскопа;
- чистота и целостность разъемов;
- соединительные провода должны быть исправными;
- комплектность микроскопа должна соответствовать комплектности, указанной в эксплуатационной документации.

8.1.2 Результаты внешнего осмотра и проверки комплектности микроскопа считаются положительными, если выполняются все требования п. 8.1.1.

### **8.2 Проверка работоспособности микроскопа, проверка программного обеспечения**

8.2.1 В соответствии с инструкцией по эксплуатации включить микроскоп, убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и микроскопом.

8.2.2 Установить в микроскоп произвольный образец (может быть использован образец ПО-1) и получить электронно-микроскопическое изображение.

8.2.3 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы ускоряющих напряжений и тока электронного зонда (для всех модификаций).

8.2.4 Убедиться, что детекторы вторичных и обратно рассеянных электронов функционируют во всех режимах в соответствии с технической документацией.

8.2.5 Для модификаций JSM-6010LV, JSM-6010Plus/LV, JSM-6510Plus/LV, JSM-6010LA, JSM-6010 Plus LA, JSM-6510Plus/LA убедиться, что с помощью программного обеспечения осуществляется переключение между режимами высокого и низкого вакуума.

8.2.6 Убедиться, что для всех модификаций обеспечивается предусмотренный технической документацией диапазон увеличений.

8.2.7 На жестком диске компьютера, подключенном к микроскопу открыть директорию управляющей программы «InTouchScope GUI». В открывшейся директории найти файл InTouchScopeADJ.exe. Скопировать указанный файл на внешний носитель. Используя алгоритм вычисления цифрового идентификатора (по ГОСТ Р 34.11-94), определить контрольную сумму указанного файла.

Результат поверки является положительным, если результаты проверок по пп. 8.2.1–8.2.6 положительные и полученная контрольная сумма (цифровой идентификатор) соответствует сведениям, приведенным в описании типа на прибор (4A54C4738C10121B5CC0643328579F5E3DA3DEED886481E39CBBED2DC27362F2).

## 8.3 Определение метрологических характеристик

### 8.3.1 Определение пространственного разрешения микроскопа

8.3.1.1 Установить в микроскоп поверочный образец ПО-2 (островковая пленка золота на углероде).

8.3.1.2 Для модификаций JSM-6010LV, JSM-6010Plus/LV, JSM-6510Plus/LV, JSM-6010LA, JSM-6010 Plus LA, JSM-6510Plus/LA убедится, что установлен режим высокого вакуума.

8.3.1.3 Установить ускоряющее напряжение 20 кВ. Рабочее расстояние 6 мм.

8.3.1.4 Получить в режиме регистрации вторичных электронов изображение островковой пленки золота. Провести настройку оптимальной фокусировки изображения, добиться максимальной компенсации астигматизма. Убедится, что все области изображения находятся в линейном диапазоне видеоусилителя (нет визуально наблюдаемых ограничений видеосигнала). Регулировку увеличения, яркости и контрастности следует проводить в ручном режиме. Сфотографировать изображение с увеличением 100000x (см. рисунок 1). Измерить по фотоснимкам минимально разрешаемое расстояние между островками золота  $r_{min}$ . Допускается использование встроенной программы измерений расстояний между элементами изображения.

8.3.1.5. Микроскоп считается годным, если пространственное разрешение  $r_{min}$  для всех модификаций не более 4 нм.

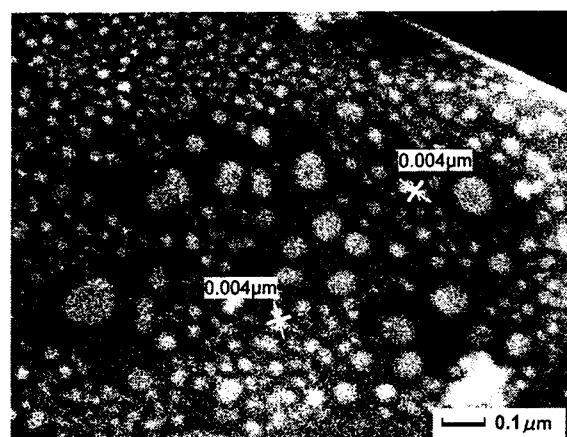


Рисунок 1. Определение пространственного разрешения микроскопа. Ускоряющее напряжение 20 кВ, режим регистрации вторичных электронов, увеличение 100000x. Образец ПО-1.

### 8.3.2 Определение погрешности измерений линейных размеров

8.3.2.1. Установить в камеру образцов микроскопа поверочный образец ПО-2 и получить в соответствии с инструкцией по эксплуатации микроскопа его изображение.

8.3.2.2 Руководствуясь геометрией меры на образце ПО-2 найти участок с шаговой структурой.

8.3.2.3 Поворотом изображения добиться приблизительной параллельности дорожек вертикальным границам изображения. В соответствии с инструкцией по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения и максимальной компенсации астигматизма. Фокусировку, регулировку яркости и контрастности выполнить в ручном режиме, обращая внимание на отсутствие участков с ограничением сигнала. Выбрать такое увеличение, чтобы на изображении поместились пятый и шестой

выступы шаговой структуры (см. рисунок 2). Ориентировочное увеличение - около 30000x. Сфотографировать изображение.

8.3.2.4 Получить изображение шаговой структуры, содержащее девять шагов (см. рисунок 3) и повторить операции, указанные в п. 8.3.2.3. Ориентировочное увеличение – от 6000x до 7000x.

8.3.2.5 В соответствии с инструкцией по эксплуатации, на полученных в пп. 8.3.2.3 -8.3.2.4 снимках произвести измерения расстояний, используя встроенный режим измерения расстояний между элементами изображения. Для изображения, полученного в п. 8.3.2.3 произвести измерения расстояния между эквивалентными точками, соответствующими одному шагу структуры, для изображения, полученного в п. 8.3.2.4 между эквивалентными точками, соответствующими девяти шагам. Измерения провести n=10 раз, каждый раз смещааясь по структуре в направлении, параллельном дорожкам. Результаты измерений занести в таблицу 3.

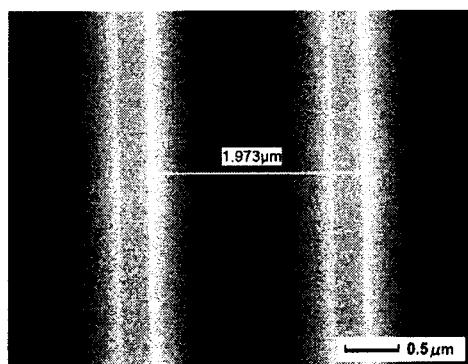


Рисунок 2. Изображение пятого и шестого выступа шаговой структуры на образце ПО-2 (мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К) в режиме регистрации вторичных электронов, ускоряющее напряжение 20 кВ, увеличение 30000x.

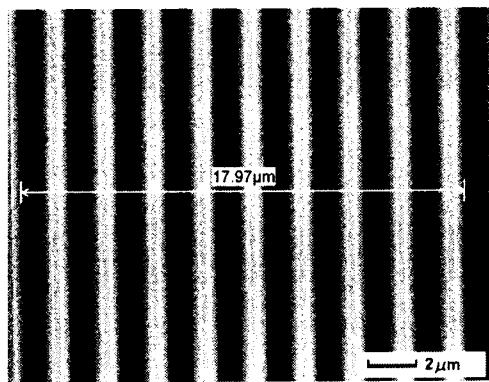


Рисунок 3. Изображение шаговой структуры, содержащее девять шагов на образце ПО-2 (мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К) в режиме регистрации вторичных электронов, ускоряющее напряжение 20 кВ, увеличение 6500x.

Таблица 3. Результаты измерений расстояний между эквивалентными точками на образце ПО-2.

Номер измерения	Номинальные размеры между эквивалентными точками образца ПО-2, мкм	
	2,001	18,009
	Измеренные расстояния между эквивалентными точками структуры, $l_i$ , мкм	
1	$l_1$	$l_1$
2	$l_2$	$l_2$
.	.	.
.	.	.
.	.	.
10	$l_{10}$	$l_{10}$

8.3.2.6 Вычисление доверительных границ погрешности результатов измерений провести в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011. Вычислить результат измерений линейных размеров элемента  $\bar{l}$  по формуле:

$$\bar{l} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n l_i , \quad (2)$$

где  $\bar{l}$  – результат измерений линейного размера элемента, мкм;  
 $n = 10$  – число измерений для каждого изображения (см. п. 8.3.2.5);  
 $l_i$  – результат  $i$ -го измерения расстояния между эквивалентными точками структуры, ( $i = 1, 2, \dots, 10$ ).

Среднее квадратическое отклонение результата измерений линейного размера  $S_{\bar{l}}$  вычислить по формуле:

$$S_{\bar{l}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (l_i - \bar{l})^2}{n(n-1)}} , \quad (3)$$

где  $S_{\bar{l}}$  – среднее квадратическое отклонение результата измерений линейного размера, мкм;  
 $\bar{l}$  – результат измерений линейного размера элемента, вычисленный по формуле (2), мкм;  
 $l_i$  – результат  $i$ -го измерения ( $i = 1, 2, \dots, 10$ ), мкм;  
 $n = 10$  – число измерений на каждом изображении (см. п. 8.3.2.5) структуре с данным аттестованным размером.

Доверительные границы случайной погрешности  $\varepsilon$  вычислить по формуле:

$$\varepsilon = t S_{\bar{l}} , \quad (4)$$

где  $\varepsilon$  - доверительные границы случайной погрешности, мкм;  
 $t = 2,262$  – коэффициент Стьюдента для 10 измерений и  
доверительной вероятности  $P = 0,95$ ;  
 $S_{\bar{l}}$  – среднее квадратическое отклонение результата измерений  
линейного размера, мкм, вычисленное по формуле (3);

Границы относительной погрешности измерений линейных размеров (без учета знака) для доверительной вероятности  $P = 0,95$  вычислить по формуле:

$$\delta = \frac{1}{\bar{l}} \cdot K \sqrt{\frac{(|\bar{l} - l_{ref}| + |\Delta_{ref}|)^2}{3} + S_{\bar{l}}^2} \cdot 100, \quad (5)$$

где  $\delta$  – границы относительной погрешности измерений линейных размеров, %;  
 $\bar{l}$  – результат измерений линейного размера элемента, вычисленный по  
формуле (1), мкм;  
 $\varepsilon$  - доверительные границы случайной погрешности, мкм, вычисленные по  
формуле (3);  
 $l_{ref}$  – аттестованное значение линейного размера элемента меры МШПС-  
2,0К (поверочный образец ПО-3), мкм, (указано в паспорте ПО-2);  
 $\Delta_{ref}$  – погрешность аттестации меры, мкм, (указана в паспорте ПО-2).

Коэффициент  $K$  в соотношении (5) вычислить по формуле:

$$K = \frac{\varepsilon + (|\bar{l} - l_{ref}| + |\Delta_{ref}|)}{S_{\bar{l}} + \frac{(|\bar{l} - l_{ref}| + |\Delta_{ref}|)}{\sqrt{3}}} \quad (6)$$

где  $\varepsilon$  - доверительные границы случайной погрешности, мкм,  
вычисленные по формуле (4);  
 $\bar{l}$  – результат измерений линейного размера элемента, вычисленный  
по формуле (2), мкм;  
 $l_{ref}$  – аттестованное значение линейного размера элемента меры  
МШПС-2,0К (поверочный образец ПО-2), мкм, (указано в паспорте  
ПО-2);  
 $\Delta_{ref}$  – погрешность аттестации меры, мкм, (указана в паспорте ПО-2);  
 $S_{\bar{l}}$  – среднее квадратическое отклонение результата измерений  
линейного размера, мкм, вычисленное по формуле (3).

8.3.2.7 Вычисления по пп. 8.3.2.6 выполнить для результатов, полученных для одного шага структуры (п.8.3.2.3) и для девяти шагов структуры ( 8.3.2.4). В качестве границы относительной погрешности измерений линейных размеров (без учета знака)  $\delta$  для доверительной вероятности  $P = 0,95$  во всем диапазоне измерений принимают максимальное значение, из полученных для одного шага и для девяти шагов структуры.

8.3.2.8 Микроскоп считается годным, если величина  $\delta$  не превышает 10 % для всех модификаций.

## **9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ**

9.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведены в Приложении А), который хранится в организации, проводившей поверку.

9.2 Микроскоп, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство о поверке установленной формы.

9.3 При отрицательных результатах поверки процедуру поверки следует повторить. Если повторные результаты поверки окажутся неудовлетворительными, то прибор запрещают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Главный научный сотрудник ОАО «НИЦПВ»,  
доктор физ.-мат. наук, профессор

М.Н.Филиппов

**Приложение А  
(рекомендуемое)**

**Форма протокола поверки микроскопа JSM 6x10x**

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №\_\_\_\_\_ (от \_\_\_\_\_)**

**1. Средство измерений:** микроскоп JSM 6x10x, модификация \_\_\_\_\_

**Принадлежит** \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

**2. Заводской номер** \_\_\_\_\_

**3. Предприятие изготовитель:** фирма JEOL, Япония

**4. Условия поверки:**

- время начала поверки \_\_\_\_\_ час. \_\_\_\_\_ мин.
- время окончания поверки \_\_\_\_\_ час. \_\_\_\_\_ мин.
- температура окружающего воздуха в начале поверки \_\_\_\_\_ °C;
- температура окружающего воздуха по окончании поверки \_\_\_\_\_ °C;
- относительная влажность воздуха \_\_\_\_\_ %;
- напряжение питания сети \_\_\_\_\_ В;
- частота питающей сети \_\_\_\_\_ Гц.

**5. Средства поверки:**

1. Образец - островковая пленка золота на углероде - GOLD ON CARBON TEST SPEC SM 1501 производства фирмы SPI Supplies / Structure Probe, Inc., США.

2. Мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К, изготовленная по ГОСТ Р 8.628-2007 и поверенная по ГОСТ Р 8.629-2007.

**Операции поверки**

**5.1 Внешний осмотр, проверка комплектности**

Вывод: \_\_\_\_\_

**5.2 Проверка работоспособности микроскопа, идентификация программного обеспечения**

Вывод \_\_\_\_\_

### 5.3 Определение метрологических характеристик

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Единица измерений.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
<b>Пространственное разрешение микроскопа на образце SPI SM 1501 (островковая пленка золота на углероде), не более</b>	8.3.1	нм	$\Delta 4$		
<b>Относительная погрешность измерений линейных размеров, не более</b>	8.3.2	%	$\pm 10$		

**Заключение:** По результатам поверки микроскоп JSM 6x10x, модификация зав. № \_\_\_\_\_, признан **годным негодным** (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель: \_\_\_\_\_  
подпись \_\_\_\_\_ ФИО \_\_\_\_\_  
«\_\_\_\_\_» 20 г.