

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ОАО«НИЦПВ»



А.Ю.Кузин

2015 г.

Микроскопы электронные растровые JSM IT300x
(модификации JSM IT300, JSM IT300LV, JSM IT300A, JSM IT300LA)
фирмы JEOL Ltd., Япония

Методика поверки

н.р. 60731-15

Москва
2015

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на микроскопы электронные растровые JSM IT300x (модификации JSM IT300, JSM IT300LV, JSM IT300A, JSM IT300LA) фирмы JEOL Ltd., Япония, (далее – микроскопы) предназначенные для количественного морфологического анализа, измерений линейных размеров микрорельефа поверхности твердотельных структур 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, идентификация программного обеспечения	8.2	да	да
4	Определение пространственного разрешения микроскопа на образце SPI SM 1501 (островковая пленка золота на углероде)	8.3.1	да	да
5	Определение погрешности измерений линейных размеров.	8.3.2	да	да

4 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки применяются меры и образцы указанные в таблице 2.

Таблица 2 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 должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80.

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, °С 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 прибора к работе провести в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

7.3 Перед проведением поверки прибор 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 проверку комплектности микроскопа считают положительными, если выполняются все требования п. 8.1.1.

8.2 Проверка работоспособности микроскопа, идентификация программного обеспечения

8.2.1 В соответствии с инструкцией по эксплуатации включить микроскоп, убедится 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 Убедится, что детекторы вторичных и обратно рассеянных электронов функционирует во всех режимах в соответствии с технической документацией.

8.2.5. Для модификаций JSM IT300LV и JSM IT300LA убедится, что с помощью программного обеспечения осуществляется переключение между режимами высокого и низкого вакуума.

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

8.2.7 На жестком диске компьютера, подключенного к микроскопу открыть директорию управляющей программы «IT300 GUI». В открывшейся директории найти файл SemMain.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 (955CEDE128AC511773674714030DE71BD2F9D4C75B2863554A76879CE82F6F1B).

8.3 Определение метрологических характеристик

8.3.1 Определение пространственного разрешения микроскопа на образце SPI SM 1501 (островковая пленка золота на углероде)

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

8.3.1.2 Для модификаций JSM IT300LV, JSM IT300LA убедится, что установлен режим высокого вакуума.

8.3.1.3 Установить ускоряющее напряжение 30 кВ.

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 провести 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 3 нм.

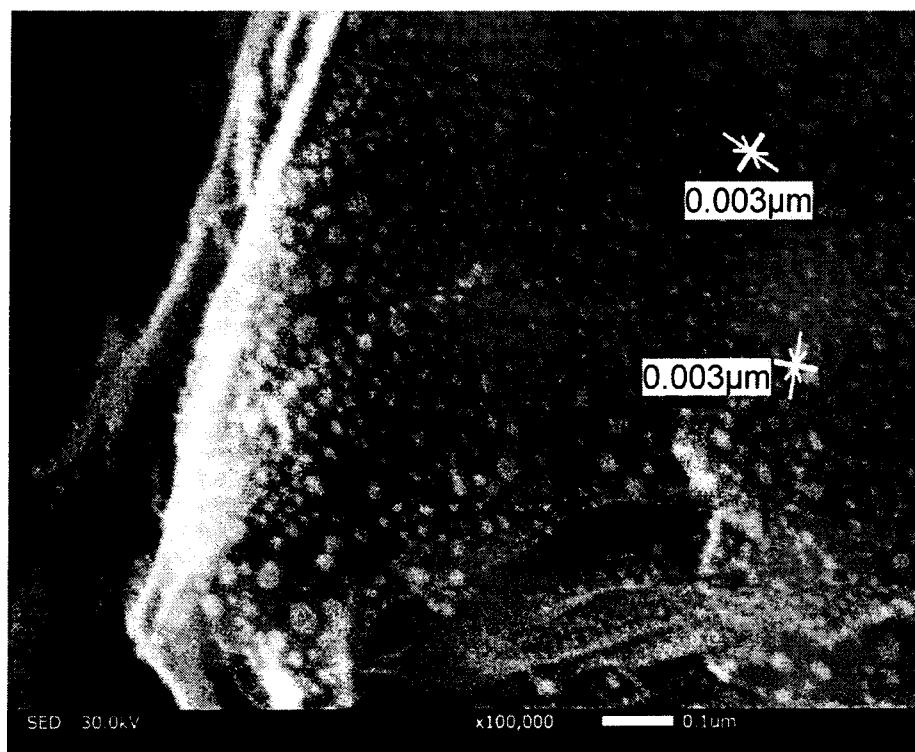


Рисунок 1. Определение пространственного разрешения микроскопа. Ускоряющее напряжение 30 кВ, режим регистрации вторичных электронов, увеличение 100000x. Образец ПО-1.

8.3.2 Определение погрешности измерений линейных размеров

8.3.2.1. Установить в камеру образцов микроскопа поверочный образец ПО-3 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 6000x – 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 смещаясь по структуре в направлении, параллельном дорожкам. Результаты измерений занести в таблицу 3.

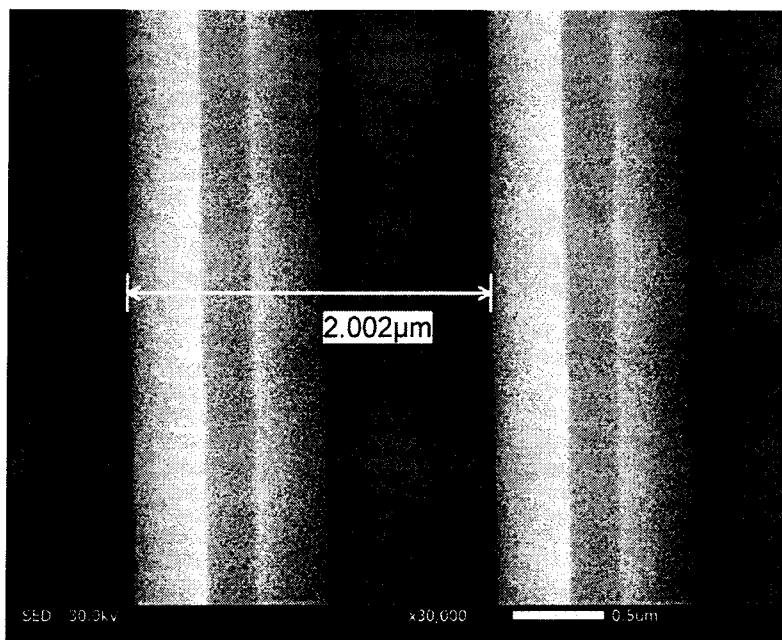


Рисунок 2. Изображение пятого и шестого выступа шаговой структуры на образце ПО-2 (мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К) в режиме регистрации вторичных электронов, ускоряющее напряжение 20 кВ, увеличение 30000x.

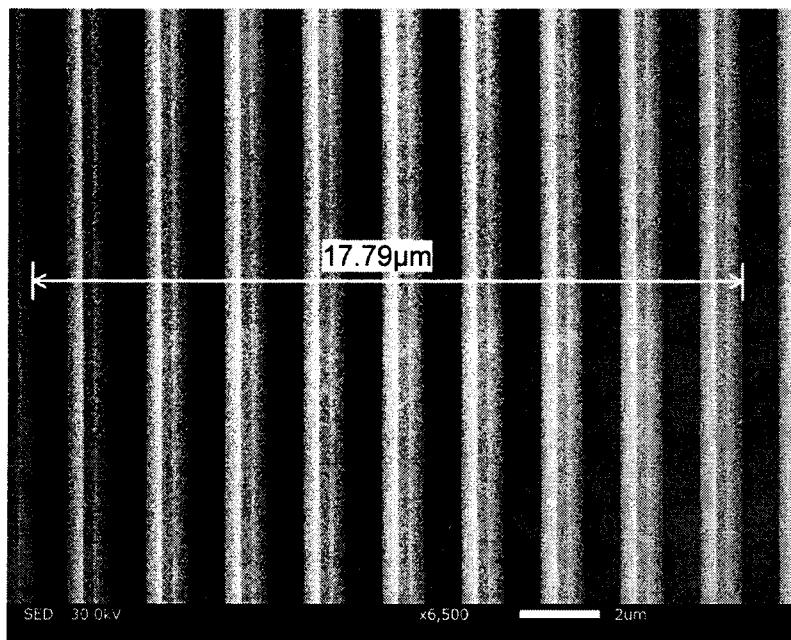


Рисунок 3. Изображение шаговой структуры, содержащее девять шагов на образце ПО-2 (мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К) в режиме регистрации вторичных электронов, ускоряющее напряжение 30 кВ, увеличение 6500х.

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

Номер измерения	Номинальные размеры между эквивалентными точками образца ПО-2, мкм	
	2,000	18,000
	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 ε вычислить по формуле:

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

где ε – 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 δ – границы относительной погрешности измерений линейных размеров, %;

\bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, вычисленный по формуле (1), мкм;

ε – 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);

Δ_{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 ε – 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 (проверочный образец ПО-3), мкм, (указано в паспорте ПО-3);

Δ_{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 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) δ 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 значение δ не превосходит 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 IT300x

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №_____ (от_____)

1. Средство измерений: микроскоп JSM IT300x, 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 P.O. Box 656, West Chester, PA 19381-0656.

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
Пространственное разрешение микроскопа на образце SPI SM 1501 (островковая пленка золота на углероде), не более	8.3.1	нм	Δ3		
Относительная погрешность измерений линейных размеров, не более	8.3.2	%	±10		

Заключение: По результатам поверки микроскоп JSM IT300x, модификация _____ зав. № _____, признан **годным негодным** (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель: _____
подпись _____
ФИО _____
« _____ » 20 г.