

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ»

Н. П. Муравская



2015 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Микроскопы сканирующие электронные
SNE-3000MB, SNE-3200M, SNE-4500M**

Методика поверки

МП 010.М1-15

л.р. 62841-15

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«dd» Муравская 2015 г.

Москва 2015

1 Введение

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на микроскопы сканирующие электронные SNE-3000MB, SNE-3200M, SNE-4500M (далее по тексту - микроскопы), предназначенных для измерений линейных размеров микрорельефа твердотельных структур, и устанавливает порядок проведения первичной и периодической поверок.

1.2 Интервал между поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность выполнения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Определение масштабного коэффициента видеоизображения микроскопов	8.3	Да	Да
Определение эффективного диаметра электронного зонда микроскопов	8.4	Да	Да
Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерения линейных размеров	8.5	Да	Да

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
8.2-8.5	Эталонная мера ширины и периода МШПС-2.0К №009(далее – рельефная мера). Значение величины проекции боковой стенки (a) 400 нм; Значение ширины верхнего основания (b_u) 597 нм; Значение высоты (h) выступов в шаговой структуре меры 565 нм Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения размера $a \pm 1$ нм Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения размеров b_u , h , δ нм ± 4

3.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

3.3 Средства поверки должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке».

4 Требования к квалификации поверителей

4.1 К испытаниям микроскопов допускаются лица, имеющие опыт работы с сканирующим электронными микроскопами, изучившие техническую документацию на средства поверки и настоящую методику поверки.

5 Требования безопасности

5.1 При испытаниях микроскопов необходимо соблюдать требования электробезопасности, указанные в «Правилах технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей»; Правила по охране труда и эксплуатации электроустановок указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и требования по обеспечению безопасности на рабочих местах по ГОСТ 12.2.061-81.

6 Условия поверки

6.1 Поверку микроскопов проводят при следующих значениях внешних воздействующих факторов с учетом требований ГОСТ Р 8.395-80:

температура окружающего воздуха, ° С.....	20 ± 3 ;
относительная влажность, %, не более.....	80;
атмосферное давление, кПа	$101,3 \pm 4$.

7 Подготовка к поверке

7.1 Помещение, где размещен микроскоп и средства поверки, должно быть в эксплуатируемом состоянии и обеспечивать класс чистоты в соответствии с требованиями ГОСТ 8.594-2009.

7.2 Подготовка к поверке микроскопов включает в себя выполнение следующих работ:

- используют рельефную меру периода и высоты, линейные размеры и материал для изготовления которой соответствуют требованиям ГОСТ Р 8.628-2007. Объект-микрометр должен быть поверен по ДДШ 4.161.014 МП.

- выбранный экземпляр меры периода и высоты выдерживают в помещении, где будут проведена поверка микроскопов, не менее 24 ч;

- проводят проверку соответствия комплекта поставки меры данным, приведенным в паспорте (формуляре) на меру периода и высоты;

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

- извлекают меру периода и высоты 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 осущененного воздуха.

7.3 Далее необходимо выполнить операции для подготовки микроскопа к работе:

7.3.1 Описание системы

Предупреждения перед эксплуатацией:

- Убедитесь, что поблизости нет приборов или устройств вызывающих вибрации или магнитные поля.

- Проверьте подключение всех кабелей и шлангов.

- Убедитесь в отсутствии мусора на уплотняющем кольце дверцы камеры микроскопа. Это может вызвать снижение вакуума.

Предупреждения в процессе эксплуатации:

- Не хлопайте по микроскопу.
- Не обрезайте кабель электропитания во время работы микроскопа.
- Не пытайтесь открывать дверь до полного напуска воздуха. Это может вызвать быструю смену давления и вывести из строя тонкое окно ЭДС детектора (если он установлен).
- Закрывайте дверь после смены образцов - это защитит камеру от попадания пыли.

7.3.2 Электропитание

Главный выключатель: Система оснащена главным выключателем на задней панели микроскопа. Переведите выключатель в положение ON. Необходимое напряжение 220 В. Это позволит управлять системой питания при помощи кнопки питания на лицевой панели микроскопа. Переведите выключатель в положение OFF, если микроскоп не будет использоваться в течение длительного времени.



Задняя панель микроскопа

7.3.3 Управление вакуумом и обслуживание

Для получения изображения, зафиксируйте образец на столике, а затем установите вакуум в системе. Это займет некоторое время на установку вакуума или накачку воздухом системы. Установка вакуума и накачки воздуха запускаются нажатием кнопки "Vacuum" на лицевой панели "SNE-3000MB".

Как и в стандартном микроскопе, микроскоп имеет современный турбо контроль высокого вакуума в системе. Микроскоп всегда должен оставаться под вакуумом, за исключением случаев смены образцов. После включения микроскопа роторный насос начинает откачивать камеру до включения турбомолекулярного насоса. Светодиодная шкала индикации на лицевой панели микроскопа отображает уровень вакуума в системе. После того как шкала максимально заполнена, индикатор системы перейдет в состояние OK для запуска высокого напряжения. Весь процесс занимает 2-3 минуты. После выключения питания системы камера остается под вакуумом.

После нажатия кнопки "exchange" происходит напуск системы для дальнейшей смены образца. Установите образец на стандартный держатель с правильным заземлением. Используйте углеродный скотч или краску для фиксации образца со столиком. Если образец непроводящий, необходимо нанести слой напыления золота, углерода или палладия. Это увеличит проводимость образца, которая избавит от заряда поверхности. Заряд образуется в результате скопления электронов на поверхности образца. Признаком этого являются очень светлые или темные области на видимом изображении. Используя специальные методики пробоподготовки можно увеличить качество изображения. Закройте дверь и снова нажмите кнопку "exchange". В это время система начнет откачиваться, а шкала вакуума заполняться. Когда прозвучит сигнал, может быть запущено высокое напряжение.

Плохой вакуум - это результат загрязнения системы и как правило снижения качества изображения, а также сокращение жизни источника электронов. Страйтесь содержать

камеру и колонну в чистоте. Всегда проверяйте отсутствие мусора на уплотняющем кольце дверцы камеры микроскопа. Проводите сервисное обслуживание колонны раз в год.

7.3.4 Смена образца

7.3.4.1. Подготовка образца: Из-за конструкции микроскопа образец должен иметь хорошую электропроводимость со столом. Это предотвратит заряд образца и увеличит качество получения изображения во вторичных электронах. Образец должен быть зафиксирован на специальные стабики микроскопа.

Существует два диаметра стабиков: 15 мм для маленьких образцов и 25 мм для больших образцов. Стабики крепятся внутри держателя образца, который ввинчивается на столик.



Стабики (Вид сверху)

Стабики (Вид снизу)

7.3.4.2. Напустите воздух в камеру нажатием кнопки "exchange". Это отключит питание турбомолекулярного и роторного насоса и создаст утечку в камере для воздуха.

После того, как камера полностью отвентилируется откройте входную дверь, потянув за ручку. Не открывайте преждевременно дверь камеры, т.к. это может повредить окно ЭДС детектора (если система оснащена данным типом детектора)

7.3.4.3. Микроскоп поставляется с инструментом для измерения высоты образцов. Высота примерно 8 мм от нижней части полюсного наконечника.



Приспособление
для настройки высоты
образцов

Настройка
образца

Образец на
столике

7.3.4.4. Вставьте держатель образца на стол и затяните. Медленно и плавно закройте дверь и снова нажмите кнопку "exchange". Начнется цикл откачки, который займет от 2 до 3 минут. Когда шкала вакуума достигнет верхней отметки, раздастся сигнал и система даст разрешение на включение высокого напряжения.

7.3.5 Операционная система микроскопа

Загрузка программного обеспечения

7.3.5.1. Проверьте что оба кабеля USB и RS-232 соединены с компьютером и с микроскопом.

7.3.5.2. Включите ПК

7.3.5.3. Двойной щелчок на иконке “Mini-SEM”, приложение будет загружено

7.3.5.4. Выберите настройки высокого напряжения микроскопа из вкладки System, Configuration menu.

7.3.5.5. Если микроскоп под высоким вакуумом, нажмите левую клавишу мыши на кнопку "HV on/ off".

7.3.5.6 Спустя несколько секунд начнет появляться изображение в области видимого изображения. На этой стадии микроскоп насыщает источник, настраивает конденсорные линзы, фокусирует изображение, настраивает яркость/контраст и сканирование изображения на малых увеличениях.

Это только основные настройки для начала работы. Вы имеете полное ручное управление столом и параметрами микроскопа для достижения высокого качества цифрового изображения.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При опробовании микроскопов проверяется фактическая работа всех систем микроскопов, проверка осуществляется с помощью ПО микроскопов, снятием показаний всех датчиков, поочередным запуском всех систем:

- системы создания высокого вакуума в колоннах микроскопов;
- системы создания стабилизированного ускоряющего напряжения, проверяется в диапазоне от 100 В до 30 кВ;
- системы непосредственного формирования электронно-микроскопических изображений, при этом в обязательном порядке проверяется работа всех имеющихся в комплекте микроскопов детекторов;
- устройства вакуумного шлюзования и всей системы смены препаратов, в обязательном порядке проверяется работа вспомогательной ИК телекамеры, позволяющей контролировать установку препаратов в микроскопы;
- системы механического перемещения препарата на микроскопические расстояния, в обязательном порядке проверяется работа системы механических вращений препарата внутри микроскопов;
- системы цифровой записи формируемых электронно-микроскопических изображений, а также системы выведения на экран основных параметров работы микроскопов (масштаб, ускоряющее напряжение и др.).

8.1.2 Микроскопы считаются прошедшими испытания, если обеспечена фактическая работа всех систем микроскопов.

8.1.3 Результаты внешнего осмотра заносятся в протокол (приложение 1).

8.2 Опробование

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

8.2.2 В соответствии с требованиями руководства по эксплуатации микроскопа проводят подготовительные операции для дальнейшей работы, поочередной запуск всех систем микроскопа.

8.2.3 При опробовании микроскопов проверяется фактическая работа всех систем электронных микроскопов, проверка осуществляется с помощью ПО микроскопов, снятием показаний всех датчиков, поочередным запуском всех систем):

- системы создания высокого вакуума в колонне микроскопов;
- системы создания стабилизированного ускоряющего напряжения, проверяется в диапазоне от 100 В до 30 кВ;
- системы непосредственного формирования электронно-микроскопических изображений, при этом в обязательном порядке проверяется работа всех имеющихся в комплекте микроскопов детекторов;
- устройства вакуумного шлюзования и всей системы смены препаратов, в обязательном порядке проверяется работа вспомогательной ИК телекамеры, позволяющей контролировать установку препаратов в микроскопы;
- системы механического перемещения препарата на микроскопические расстояния, в обязательном порядке проверяется работа системы механических вращений препарата внутри микроскопов;
- системы цифровой записи формируемых электронно-микроскопических изображений, а также системы выводения на экран основных параметров работы микроскопов (масштаб, ускоряющее напряжение и др.).

8.2.4 Идентификация программного обеспечения, уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных изменений и преднамеренных изменений и оценка влияния на метрологические характеристики средства измерений.

8.2.4.1 При проведении поверки проверяются идентификационные данные программного обеспечения.

8.2.4.2 Микроскопы признается прошедшим поверку, если идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части программного обеспечения соответствуют указанным в описании типа, см. таблицу 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MiniSEM
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.0.4.26855
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	39e500dccdc611943001330a5bb0054b
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5

8.3 Определение масштабного коэффициента видеоизображения микроскопов

8.3.1 Для определения масштабного коэффициента видеоизображения микроскопов измеряют расстояние в направлении сканирования в пикселях между контрольными точками, которое не зависит от эффективного диаметра электронного зонда при выполнении всех операций, необходимых для подготовки микроскопа к работе, в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации. Расположение контрольных точек 1-4 на видеопрофиле информативного сигнала приведено на рисунке 1б) и в).

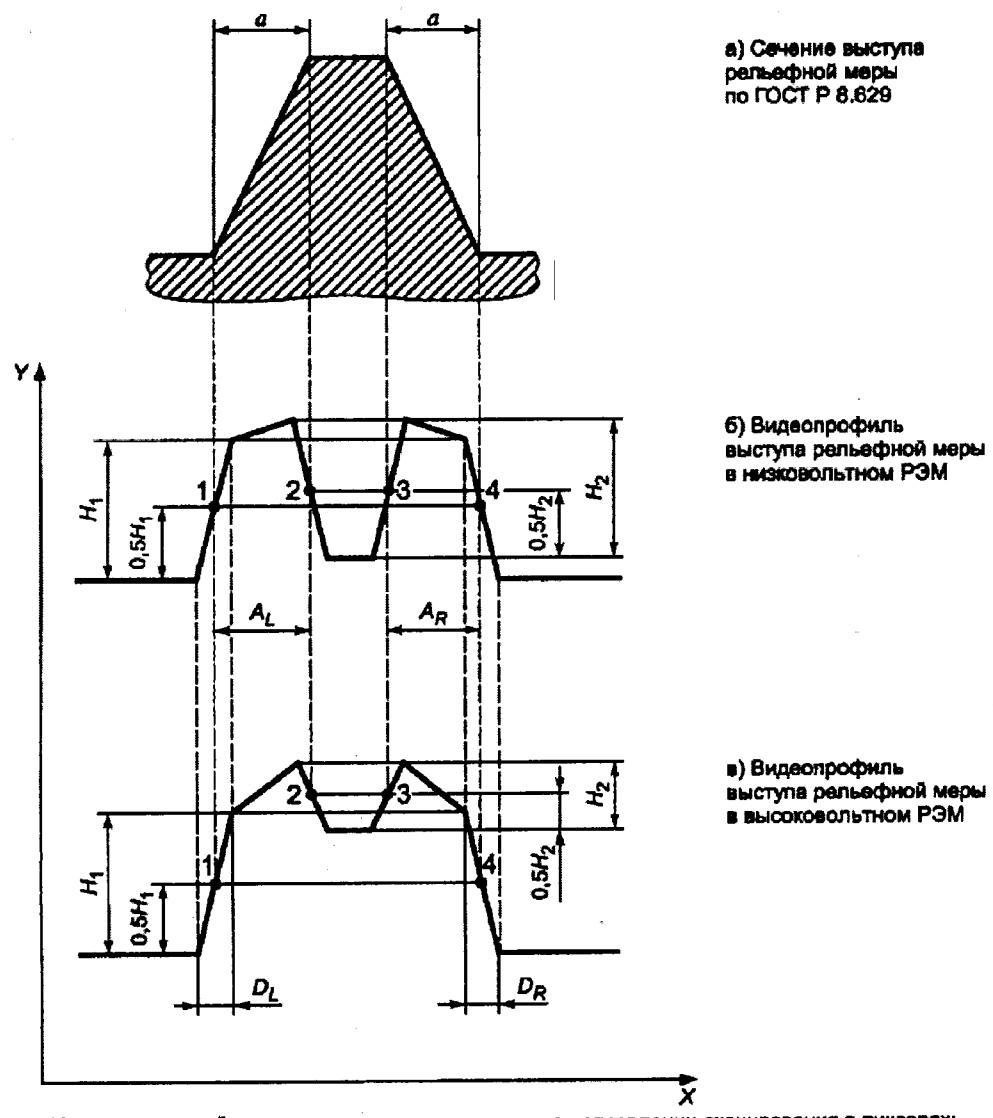


Рисунок 1 - Сечение выступа рельефной меры и его видеопрофили, полученные с помощью микроскопов

Ординату контрольной точки 1 вычисляют как полусумму ординат точек первого и второго изломов в направлении сканирования $0,5 \cdot H_1$ пиксель.

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

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

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

8.3.2 По вычисленным значениям ординат определяют соответствующие им значения абсцисс контрольных точек 1-4.

8.3.3 Значения вспомогательных отрезков для низковольтных или высоковольтных РЭМ определяют по значениям абсцисс контрольных точек, вычисленных по 8.3.1:

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.

8.3.4 Масштабный коэффициент видеоизображения m , вычисляют по формуле 1:

$$(1) \quad m = \frac{2a}{A_L + A_R}$$

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 8.3.3, пиксель.

8.3.5 Микроскопы считаются прошедшиими поверку, если значение масштабного коэффициента не превышает 30 нм/пиксель.

8.4 Определение эффективного диаметра электронного зонда микроскопов

8.4.1 Эффективный диаметр электронного зонда РЭМ d , нм, вычисляют по формуле 2:

$$(2) \quad d = \frac{m(D_L + D_R)}{2}$$

где m — масштабный коэффициент видеоизображения, вычисленный по 8.3.5, нм/пиксель; D_L, D_R — расстояния между контрольными точками, вычисленные по 8.3.4, пиксель.

8.4.2 Микроскопы считаются прошедшиими поверку, если значение эффективного диаметра зонда не превышает 40 нм.

8.4.3 Результаты поверки заносятся в протокол (приложение 1).

8.5 Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерения линейных размеров

8.5.1 Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерения ширины верхнего основания выступа микроскопов проводят в соответствии с пунктом 8.3.2.

8.5.2 Расчет предела допускаемой абсолютной погрешности измерения продольных параметров осуществляется по формуле 3:

$$(3) \quad \Delta l = \pm (4+0,05L_1)$$

где L_1 – линейный размер объекта, нм

8.5.3 Микроскопы считаются прошедшиими поверку, если пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения линейных размеров не более ± 156 нм при масштабном коэффициенте $a=17$ нм/пиксель (при увеличении 6000 крат).

8.5.4 Результаты поверки заносятся в протокол (приложение 1).

8.6 Обработка и оформление результатов поверки

8.6.1 Результаты поверки заносят в протокол (приложение 1), который хранится в организации, проводившей поверку.

8.6.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006-94 или ставят отиск поверительного клейма в руководстве по эксплуатации в соответствии с ПР 50.2.007-2001.

8.6.3 При отрицательных результатах поверки аннулируют свидетельство о поверке и выдают извещение о непригодности средства измерения к дальнейшей эксплуатации в соответствии с ПР 50.2.006-94.

Начальник лаборатории М-1
ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер лаборатории М-1
ФГУП «ВНИИОФИ»

Лясковский
Кожухин

В.Л. Лясковский

Я.Е. Кожухин

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
к Методике поверки № МП 010.М1-15
«Микроскопы сканирующие электронные SNE-3000MB,
SNE-3200M, SNE-4500M»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от « _____ » 201 _____ года

Средство измерений: Микроскопы сканирующие электронные SNE-3000MB, SNE-3200M, SNE-4500M

Назначение СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков,

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав. № _____ №/№ _____
Заводские номера блоков

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 010.М1-15 утвержденной ФГУП
«ВНИИОФИ» 22.01.2015 г.

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов: _____
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, ° С.....20 ± 5;
- относительная влажность, %, не более.....85;
- атмосферное давление, кПа101,3 ± 4

Получены результаты метрологических характеристик

Характеристика	Результат	Требования технической документации

Рекомендации _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____
подписи, ФИО, должность