



АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

« 23 » сентября 2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Микроскопы электронные просвечивающие

Методика поверки
МП ДИ20/30-2021

г. Москва
2021 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на микроскопы электронные просвечивающие фирмы Thermo Fisher Scientific, Нидерланды (далее – микроскопы), выпускаемые в модификациях Spectra 200, Spectra 300, Talos L120C и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Микроскопы предназначены для измерений линейных размеров элементов микро- и наноструктур тонкопленочных образцов, микро- и наночастиц на пленке-подложке, определения параметров кристаллической решетки и локального элементного состава методом энергодисперсионной спектроскопии.

1.3 При проведении поверки измеряемые микроскопами значения величин прослеживаются к Государственному первичному эталону метра ГЭТ 2-2021 посредством использования в качестве средства поверки стандартного образца ГСО 10030-2011.

1.4 Поверка микроскопов проводится методом непосредственного сличения с ГСО 10030-2011.

1.5 Межповерочный интервал 1 год.

2. Перечень операций поверки

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

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		В процессе эксплуатации	После ремонта
1. Внешний осмотр микроскопа	7	да	да
2. Подготовка к поверке и опробование микроскопа	8	да	да
3. Проверка программного обеспечения микроскопа	9	да	да
4. Определение метрологических характеристик микроскопа	10	да	да
4.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 200 кВ	10.1		
4.2 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии $K\alpha$ марганца	10.2		
5. Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям	11	да	да
6. Оформление результатов поверки	12	да	да

2.2 Операции поверки проводятся юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в установленном порядке.

2.3 Проведение поверки не в полном объеме, для меньшего числа поддиапазонов измерений и для меньшего числа измеряемых величин не предусмотрено.

3. Метрологические и технические требования к средствам поверки

При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- СО параметров шаговой структуры в тонком слое монокристаллического кремния ГСО 10030-2011;
- Стандартный образец состава марганца металлического типа Мн95 (Ф5) ГСО 1095-90П.
Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологические характеристики.

4. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80 «Правила эксплуатации электроустановок потребителем».

5. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы просвечивающей электронной микроскопии;
- изучившие техническое описание и Методику поверки поверяемой установки.

6. Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от 18 до 22
- относительная влажность воздуха, %, не более.....80
- напряжение питания от сети переменного тока частотой 50/60 Гц, В:
 - модификации Spectra 200, Spectra 300.....от 360 до 440
 - модификации Talos L120Cот 210 до 250

7. Внешний осмотр микроскопа

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие микроскопа следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, заводской 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.

7.2 Результаты внешнего осмотра микроскопа считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1

8. Подготовка к поверке и опробование микроскопа

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

8.2 В соответствии с руководством по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и микроскопом.

8.3 Используя двунаклонный держатель образцов, установить в микроскоп поверочный образец ПО-1 и получить электронно-микроскопическое изображение.

8.4 Убедиться в возможности переключения ускоряющих напряжений и увеличений.

8.5 Микроскоп считается годным к поверке, если результаты проверок по пп. 8.1 – 8.4 положительные.

9. Проверка программного обеспечения микроскопа

9.1 Для идентификации программного обеспечения (ПО) микроскопа необходимо:

- запустить рабочую программу микроскопа согласно руководству по эксплуатации;
- активировать подменю «Help» и далее подменю «About Spectra» (для модификаций Spectra 200, Spectra 300) или подменю «About Talos» для модификации Talos L120C;
- считать идентификационное наименование и номер версии ПО.

Микроскоп считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО микроскопа соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационное наименование ПО	ТЕМ user interface
Номер версии (идентификационный номер) ПО:	
- Spectra 200, Spectra 300	3.9 и выше
-Talos L120C	2.9 и выше

9.2 Микроскоп считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если результаты проверок по п. 9.1 положительные.

10. Определение метрологических характеристик

10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 200 кВ

10.1.1 При ускоряющем напряжении 200 кВ получить изображение двух соседних выступов поверочного образца ПО-1 (ориентировочное увеличение порядка 10000 крат).

10.1.2 В соответствии с инструкцией по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения. Запомнить полученное изображение.

10.1.3 В соответствии с описанием программы произвести 10 измерений значений шага t_i (номинальным значением 2 мкм) между эквивалентными точками двух соседних выступов.

10.1.4 Вычислить измеренное среднее значение шага шаговой структуры поверочного образца ПО-1 по формуле:

$$T = \frac{\sum_{i=1}^{10} t_i}{10} \quad (1)$$

где t_i – измеренное значение шага, выраженное в нм,

Вычислить отклонение измеренного среднего значения шага шаговой структуры от паспортного:

$$\Delta_1 = T - T_{пасп} \quad (2)$$

где $T_{пасп}$ – паспортное значение шага шаговой структуры ГСО.

10.1.5 При ускоряющем напряжении 200 кВ получить изображение 5-ти выступов поверочного образца ПО-1 (ориентировочное увеличение порядка 2000 крат). Запомнить полученное изображение.

10.1.6 В соответствии с описанием программы произвести 10 измерений значений суммы всех шагов $\hat{t}_i$ между эквивалентными точками 1-го и 5-го выступов (где i – номер измерения).

10.1.7 Вычислить измеренное среднее значение суммы всех шагов шаговой структуры поверочного образца ПО-1 по формуле:

$$\hat{T} = \frac{\sum_{i=1}^{10} \hat{t}_i}{10} \quad (3)$$

где $\hat{t}_i$ – измеренное значение суммы всех шагов шаговой структуры поверочного образца ПО-1, выраженное в нм, где i – номер измерения.

Вычислить отклонение измеренного среднего значения суммы всех шагов шаговой структуры от паспортного:

$$\Delta_2 = \hat{T} - \hat{T}_{пасп} \quad (4)$$

где $\hat{T}_{пасп}$ – паспортное значение суммы всех шагов шаговой структуры ГСО.

10.1.8 Получить изображение кристаллической решетки кремния поверочного образца ПО-1 при таком увеличении, чтобы в поле зрения помещались не менее чем 50 межплоскостных расстояний между кристаллографическими плоскостями (111) кремния. Запомнить полученное изображение.

10.1.9 Измерить по полученному изображению расстояние T_{50} , выраженное в нм, соответствующее длине отрезка, на котором укладываются 50 межплоскостных расстояний между кристаллографическими плоскостями (111) кремния. Повторить измерения расстояния T_{50} и по результатам 10 измерений вычислить среднее значение $\hat{T}_{50}$ параметра T_{50} .

10.1.10 Вычислить отклонение среднего измеренного значения $\hat{T}_{50}$ линейного размера T_{50} от соответствующего значения $50d_{111}$:

$$\Delta_3 = \hat{T}_{50} - 50d_{111} \quad (5)$$

где d_{111} – аттестованное значение межплоскостного расстояния для поверочного образца ПО-1, указанное в паспорте и выраженное в нм.

10.1.11 Получить изображение кристаллической решетки кремния поверочного образца ПО-1 при таком увеличении, чтобы в поле зрения помещались примерно 10 межплоскостных расстояний для кристаллографических плоскостей (111) кремния. Измерить расстояние $T_{(111)}$ (в нм) между двумя соседними плоскостями (111) кремния, расстояние между которыми соответствует параметру d_{111} . Повторить измерения расстояния $T_{(111)}$ и по результатам 10 измерений вычислить среднее значение $\hat{T}_{(111)}$ параметра $T_{(111)}$.

10.1.12 Вычислить отклонение среднего измеренного значения $\hat{T}_{(111)}$ линейного размера $T_{(111)}$ от соответствующего паспортного значения d_{111} :

$$\Delta_4 = \hat{T}_{(111)} - d_{111} \quad (6)$$

10.2 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца

10.2.1 Используя держатель образцов – углеродную сеточку, установить в микроскоп поверочный образец ПО-2 (стандартный образец состава марганца металлического ГСО 1095-90П).

10.2.2 Используя СПЭМ-режим, произвести набор спектра рентгеновского излучения из области образца ПО-2 при следующих режимах:

- установить ток электронного пучка такой, чтобы скорость счета составляла менее 10^4 имп/с;

- время набора рентгеновского спектра – 100 сек.

Запомнить полученный спектр.

10.2.3 На полученном рентгеновском спектре определить интенсивность в максимуме $I_{\max}$ линии К α марганца, а также среднее значение тормозного фона I_{ϕ} .

10.2.4 Определить точки E_1 и E_2 по оси энергии рентгеновского спектра по обе стороны от максимума линии К α марганца ($E_1 < E_2$), соответствующие интенсивности линии К α марганца на полувысоте, то есть для значения интенсивности счета

$$I_{1/2} = I_{\phi} + (I_{\max} - I_{\phi}) / 2 \quad (7)$$

10.2.5 Энергетическое разрешение спектрометра на линии К α марганца ΔE_{Mn} , эВ, вычисляют по формуле:

$$\Delta E_{Mn} = E_2 - E_1, \quad (8)$$

где значения E_1 и E_2 определяют по п. 10.2.4 и выражают в эВ.

11 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям

11.1 Результаты определения диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 200 кВ считают положительными, если выполнены условия

$$|\Delta_1| \leq 0,4 + 0,03T \quad (9)$$

$$|\Delta_2| \leq 0,4 + 0,03\hat{T} \quad (10)$$

$$|\Delta_3| \leq 0,4 + 0,03\hat{T}_{50} \quad (11)$$

$$|\Delta_4| \leq 0,4 + 0,03\hat{T}_{(111)} \quad (12)$$

для модификаций Spectra 200, Spectra 300, и условия

$$|\Delta_1| \leq 1 + 0,03T \quad (13)$$

$$|\Delta_2| \leq 1 + 0,03\hat{T} \quad (14)$$

$$|\Delta_3| \leq 1 + 0,03\hat{T}_{50} \quad (15)$$

$$|\Delta_4| \leq 1 + 0,03\hat{T}_{(111)} \quad (16)$$

для модификаций Talos L120C.

При этом следует считать, что пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 200 кВ составляют $\pm(0,4+0,03 \cdot L)$ нм для модификаций Spectra 200, Spectra 300 и $\pm(1+0,03 \cdot L)$ нм для модификаций Talos L120C, где L – линейный размер, выраженный в нм, а диапазон измерений линейных размеров составляет от 0,0004 до 30 мкм.

11.2 Результаты определения энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца считают положительными, если выполнено условие

$$\Delta E_{Mn} \leq 136 \text{ эВ}. \quad (17)$$

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом, который хранится в организации, проводившей поверку.

12.2 Микроскоп, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативных актов федеральных органов исполнительной власти. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на лицевую панель модуля получения изображений в виде наклейки в соответствии с рисунком общего вида, приведенным в описании типа.

12.3 При отрицательных результатах поверки микроскоп запрещают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин по установленной форме.

Начальник отдела АО «НИЦПВ»,
кандидат физ.-мат. наук

В.Б. Митюхляев