



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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

АО «НИЦПВ»

Д.М. Михайлюк



« 07 » июля 2022 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Микроскоп электронный просвечивающий  
Themis Z G3**

**Методика поверки  
МП 7287-2021**

г. Москва  
2022 г.

## 1. Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на микроскоп электронный просвечивающий Themis Z G3 фирмы «Thermo Fisher Scientific», Нидерланды (далее – микроскоп) и устанавливает методы и средства его 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 их элементного состава методом энергодисперсионной спектроскопии и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов.

1.3 При проведении поверки измеряемые микроскопом 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 микроскопа 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                            | 10.1                  |                           |               |
| 4.2 Определение пространственного разрешения в СПЭМ-режиме                                                | 10.2                  |                           |               |
| 4.3 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К $\alpha$ марганца | 10.3                  |                           |               |
| 5. Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям                                      | 10.4                  | да                        | да            |
| 6. Оформление результатов поверки                                                                         | 11                    | 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 и вспомогательному оборудованию

При проведении поверки применяют средства поверки и вспомогательное оборудование, указанное в таблицах 2 и 3:

Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

| Операции поверки, требующие применение средств поверки                                                     | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки                                                                  | Перечень рекомендуемых средств поверки                                                                                  |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| п.10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров                          | Границы допускаемых значений абсолютной погрешности для шага и межплоскостного расстояния $d_{111}$ соответственно $\pm 1 \text{ нм}$ и $\pm 0,0005 \text{ нм}$ . | Стандартный образец параметров шаговой структуры в тонком слое монокристаллического кремния ГСО 10030-2011 (далее ПО-1) |
| п.10.2 Определение пространственного разрешения микроскопа                                                 | Границы допускаемых значений абсолютной погрешности для шага и межплоскостного расстояния $d_{111}$ соответственно $\pm 1 \text{ нм}$ и $\pm 0,0005 \text{ нм}$ . | ПО-1                                                                                                                    |
| 10.3 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К $\alpha$ марганца | Массовая доля марганца в стандартном образце не менее 95 %.                                                                                                       | Стандартный образец состава марганца металлического типа Mn95 (Ф5) ГСО 1095-90П (далее ПО-2)                            |

Таблица 3 – Вспомогательное оборудование, используемое при поверке

| Операции поверки, требующие применение вспомогательного оборудования | Основные технические характеристики вспомогательного оборудования.              | Перечень рекомендуемого вспомогательного оборудования |
|----------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| п.10.2 Определение пространственного разрешения микроскопа           | Образец нитрида галлия с ориентацией поверхности (211) толщиной не более 50 нм. | Gallium Nitride GaN211 HR-STEM, США                   |

Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

### 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.....от 210 до 240

## **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 дунаклонный 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 прошедшим операцию поверки с положительным результатом, 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;
- в верхней части окна программы войти в меню «About» и выбрать подпункт «About TEM»;
- считать идентификационное наименование и номер версии ПО.

9.2 Микроскоп считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО микроскопа соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационное наименование ПО | Номер версии (идентификационный номер) ПО |
|-----------------------------------|-------------------------------------------|
| TEM User interface                | 2.15.3                                    |
| TIA                               | 5.0                                       |
| Velox                             | 2.14.0.703                                |
| GMS                               | 3.32.2403.0                               |

## 10 Определение метрологических характеристик микроскопа

### 10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров

10.1.1 Установить ускоряющее напряжение 300 кВ. Получить изображение кристаллической решетки кремния в СПЭМ-режиме при увеличении 1800000 крат. Значение межплоскостного расстояния  $d_{111}=0,31$  нм соответствует нижней границе (0,3 нм) диапазона измерений линейных размеров.

10.1.2 Уменьшить электронно-оптическое увеличение микроскопа до такого значения, чтобы все выступы шаговой структуры занимали на изображении не более 80% экрана, что соответствует верхней границе (10 мкм) диапазона измерений линейных размеров.

10.1.3 Получить изображение в СПЭМ-режиме всех выступов поверочного образца ПО-1 при увеличении 5000 крат.

10.1.4 В соответствии с Руководством по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения. Запомнить полученное изображение.

10.1.5 Провести 10 измерений значений суммы всех шагов  $t_{\Sigma i}$  ( $i$  – номер измерения) между эквивалентными точками двух крайних выступов поверочного образца ПО-1.

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

$$T_{\Sigma} = \frac{\sum_{i=1}^{10} t_{\Sigma i}}{10} \quad (1)$$

где  $t_{\Sigma i}$  – измеренное значение суммы всех шагов, выраженное в нм,

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

$$\Delta_1 = T_{\Sigma} - T_{\Sigma \text{пасн}} \quad (2)$$

где  $T_{\Sigma \text{пасн}}$  – паспортное значение суммы всех шагов шаговой структуры ГСО 10030-2011.

10.1.7 Получить изображение в СПЭМ-режиме двух соседних выступов поверочного образца ПО-1 при увеличении 29000 крат.

10.1.8 В соответствии с Руководством по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения. Запомнить полученное изображение.

10.1.9 Провести 10 измерений значений шага  $t_i$  (номинальным значением 2 мкм) между эквивалентными точками двух соседних выступов.

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

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

где  $t_i$  – измеренное значение шага, выраженное в нм,

Вычислить отклонение измеренного среднего значения шага шаговой структуры от паспортного:

$$\Delta_2 = T - T_{\text{пасн}} \quad (4)$$

где  $T_{\text{пасн}}$  – паспортное значение шага шаговой структуры ГСО 10030-2011.

10.1.11 Получить изображение кристаллической решетки кремния поверочного образца ПО-1 при таком увеличении, чтобы в поле зрения помещались от 10 до 50 межплоскостных расстояний для кристаллографических плоскостей (111) кремния. Измерить расстояние  $T_{10}$  между такими двумя плоскостями (111) кремния, расстояние между которыми соответствует 10 параметрам  $d_{111}$ . При этом между указанными

плоскостями должно находиться 9 плоскостей (111). Определить среднее значение  $\bar{T}_{10}$  по результатам 10 измерений параметра  $T_{10}$ .

10.1.12 Вычислить отклонение измеренного значения линейного размера  $T_{10}$  от соответствующего паспортного значения  $10d_{111}$ :

$$\Delta_3 = \bar{T}_{10} - 10d_{111} \quad (5)$$

где  $d_{111}$  – аттестованное значение межплоскостного расстояния для поверочного образца ПО-1 (ГСО 10030-2011).

10.1.13 По изображениям, полученным по п.10.1.11, 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  $T_{(111)}$ .

10.1.14 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 пространственного разрешения микроскопа

10.2.1 Получить изображение кристаллической решетки кремния в СПЭМ-режиме при увеличении 3000000 крат и ускоряющем напряжении 300 кВ поверочного образца ПО-1. Запомнить полученное изображение.

10.2.2 На полученном по п. 10.2.1 изображении, в соответствии с руководством по эксплуатации, произвести измерения линейного размера  $L_1$ , соответствующего межплоскостному расстоянию  $d_{111}$  поверочного образца ПО-1.

10.2.3 Установить в микроскоп образец ВО-1 (образец монокристаллического GaN ориентации (211)). При увеличении 3000000 крат и ускоряющем напряжении 300 кВ в СПЭМ-режиме провести настройку оптимальной фокусировки изображения, добиться максимальной компенсации астигматизма. Запомнить полученное изображение. Измерить по полученному изображению минимально разрешаемое расстояние  $L_0$  между соответствующими плоскостями образца ВО-1.

10.2.4 Определить пространственное разрешение микроскопа в СПЭМ-режиме и ускоряющем напряжении 300 кВ по формуле

$$R = (L_0/L_1)d_{111} \quad (7)$$

где  $d_{111}$  – аттестованное значение межплоскостного расстояния (111), указанное в паспорте поверочного образца ПО-1.

## 10.3 Определение энергетического разрешение энергодисперсионного спектрометра на линии Ka марганца

10.3.1 Используя держатель образцов – медную сетку с поддерживающим углеродным слоем Lacey/Carbon, установить в микроскоп поверочный образец ПО-2 (стандартный образец состава марганца металлического ГСО 1095-90П).

10.3.2 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.

10.3.3 На полученном рентгеновском спектре определить интенсивность в максимуме  $I_{\max}$  линии Ka марганца, а также среднее значение тормозного фона  $I_{\phi}$ .

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

$$I_{1/2} = I_\phi + (I_{\max} - I_\phi) / 2 \quad (8)$$

10.3.5 Энергетическое разрешение спектрометра на линии К $\alpha$  марганца  $\Delta E_{Mn}$ , эВ, вычисляют по формуле:

$$\Delta E_{Mn} = E_2 - E_1, \quad (9)$$

где значения  $E_1$  и  $E_2$  определяют по п.10.3.4 и выражают в эВ.

#### 10.4 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям

10.4.1 Микроскоп считается прошедшим этап поверки по п.10.1 с положительным результатом, если выполнены требования п.10.1.1 и п.10.1.2 и выполнены условия:

$$|\Delta_1| \leq 0,4 + 0,03T_\Sigma \quad (10)$$

$$|\Delta_2| \leq 0,4 + 0,03T \quad (11)$$

$$|\Delta_3| \leq 0,4 + 0,03\bar{T}_{10} \quad (12)$$

$$|\Delta_4| \leq 0,4 + 0,03\hat{T}_{(111)} \quad (13)$$

где  $T_\Sigma$  - по п.10.1.6,  $T$  - по п.10.1.10,  $\bar{T}_{10}$  - по п.10.1.11,  $\hat{T}_{(111)}$  - по п.10.1.13.

При этом следует считать, что пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 300 кВ составляют  $\pm(0,4+0,03 \cdot L)$  нм, где  $L$  - линейный размер, выраженный в нм, а диапазон измерений линейных размеров составляет от 0,0003 до 10 мкм.

10.4.2 Микроскоп считается прошедшим этап поверки по п.10.2 с положительным результатом, если для значения пространственного разрешения  $R$ , полученного по п.10.2.4, выполнено требование:

$$R \leq 0,06 \text{ нм}. \quad (14)$$

10.4.3 Микроскоп считается прошедшим этап поверки по п.10.3 с положительным результатом, если выполнено требование

$$\Delta E_{Mn} \leq 136 \text{ эВ}. \quad (15)$$

### 11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором отражают результаты измерений по п.п.7-10 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 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 в виде наклейки или оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке и переднюю панель микроскопа.

11.3 При отрицательных результатах поверки микроскоп запрещают к применению и выдают извещение о непригодности по установленной форме.

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



В.Б.Митюхляев