



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

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»

Д.М. Михайлюк

« 06 » декабря 2023 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Микроскопы сканирующие электронные
Melytec**

**Методика поверки
МП ДИ23-20/1**

г. Москва
2023 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на микроскопы сканирующие электронные Melytec фирмы «Zhejiang Nade Scientific Instrument Co., Ltd.», Китай (далее - микроскопы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Микроскопы предназначены для измерений линейных размеров микрорельефа поверхности твердотельных структур, количественного морфологического анализа и локального электронно-зондового элементного анализа.

1.3 Реализация данной методики обеспечивает прослеживаемость результатов измерений линейных размеров к ГЭТ 2-2021 согласно Государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Ростандарта от 29.12.2018 № 2840.

1.4 Проверка осуществляется методом прямых измерений с использованием меры ширины и периода специальной МШПС-2.0К и объект-микрометра типа ОМ-О.

2 Перечень операции поверки

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

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первично й поверке	При периодической поверке
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
4.1 Определение диапазона и относительной погрешности измерений линейных размеров	10.1	да	да
4.2 Определение энергетического разрешение энергодисперсионного спектрометра на линии Кα марганца*	10.2	да	да
4.3 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям	10.3	да	да
5. Оформление результатов поверки	11	да	да

*операция проводится при наличии в комплекте поставки энергодисперсионного спектрометра

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

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

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

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 относительной погрешности измерений линейных размеров.	<p>Мера ширины и периода – эталон 2-го разряда в соответствии с Приказом Росстандарта от 29.12.2018 №2840, номинальное значение шага шаговой структуры 2,00 мкм с допустимым отклонением не более $\pm 0,05$ мкм.</p> <p>Объект-микрометр – рабочий эталон 1-го разряда в соответствии с Приказом Росстандарта от 29.12.2018 №2840.</p> <p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности: $\pm 0,0001$ мм</p>	<p>Мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К. Рег. № 33598-06 (далее – ПО-1).</p> <p>Объект-микрометр типа ОМ-О. Рег. №28962-16 (далее – ПО-2).</p>
п.10.2 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца.	Массовая доля марганца в стандартном образце не менее 95 %.	Стандартный образец состава марганца металлического типа Mn95 (Ф5) ГСО 1095-90П (далее – ПО-3).
п.6	<p>Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 до +25$^{\circ}$С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5^{\circ}$С.</p> <p>Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10 до 80% с абсолютной погрешностью не более $\pm 3\%$.</p>	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13.

3.2 Допускается использование других средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений.

4. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

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

4.2 Должны соблюдаться «Правила устройства электроустановок», утвержденные приказом Минэнерго РФ от 08.07.2002г.

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;
- имеющие опыт работы с микроскопами сканирующими электронными;
- изучившие техническое описание и методику поверки поверяемого микроскопа.

6 Требования к условиям проведения поверки

- 6.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:
- температура окружающей среды, °С.....от 20 до 25
 - относительная влажность воздуха , %,от 5 до 70

7 Внешний осмотр микроскопа

7.1 При проведении внешнего осмотра 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.

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

8 Подготовка к поверке и опробование микроскопа

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

8.2 Установить в микроскоп образец ПО-1 (мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К) и получить электронно-микроскопическое изображение рельефной структуры центральной области образца при увеличениях 1000 и 10000 крат.

8.3 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы ускоряющих напряжений в диапазоне от 1 кВ до 20 кВ для модификации SM-20 и в диапазоне от 1 кВ до 30 кВ для модификаций SM-32A, SM-32, SM-33, SM-40, SM-50, DB-50.

8.4 Убедиться, что детекторы вторичных электронов (далее - ВЭ) и обратно рассеянных электронов (далее - ОРЭ) функционирует в соответствии с технической документацией.

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 проверки идентификационных данных программного обеспечения (ПО) микроскопа необходимо:

- запустить рабочую программу микроскопа согласно Руководству по эксплуатации»;
- в верхней панели нажать на кнопку «Preference»;
- в выпавшем списке выбрать кнопку «About»;
- считать в появившемся окне название программы и номер версии.

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

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО: - модификации SM-20, SM-32, SM-32A, SM-33, SM-40, SM-50 - модификация DB-50	SEMXXXX DB500
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.9 и выше

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение диапазона и относительной погрешности измерений линейных размеров

10.1.1 Установить ускоряющее напряжение 20 кВ для модификации SM-20 и 30 кВ для модификаций SM-32A, SM-32, SM-33, SM-40, SM-50, DB-50.

10.1.2 В соответствии с руководством по эксплуатации микроскопа получить изображение шаговой структуры центрального модуля ПО-1.

10.1.3 Поворотом изображения добиться приблизительной параллельности дорожек вертикальным границам изображения. В соответствии с руководством по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения и максимальной компенсации астигматизма. Фокусировку, регулировку яркости и контрастности выполнять в ручном режиме, обращая внимание на отсутствие участков с ограничением сигнала. Выбрать такое максимально возможное увеличение, чтобы на изображении поместилось полностью 2 выступа. Сохранить полученное изображение на жесткий диск.

10.1.4. Выбрать такое увеличение, чтобы на изображении помещалось полностью 9 шагов меры. Сохранить полученное изображение.

10.1.5 Установить поверочный образец ПО-2 (объект-микрометр) на держатель образца. Установить держатель образца в вакуумную камеру микроскопа и произвести откачуку.

10.1.6. Получить изображение штрихов шкалы поверочного образца ПО-2 при таком значении увеличения микроскопа, чтобы участок шкалы объект-микрометра длиной 200 мкм занимал примерно 80% ширины экрана. Ориентировать изображение таким образом, чтобы штрихи шкалы меры на изображении были расположены вертикально. Запомнить полученное изображение на жестком диске.

10.1.7. В соответствии с руководством по эксплуатации, на полученных в п. 10.1.3, п.10.1.4 и п.10.1.6 изображениях произвести измерения линейных размеров, используя встроенный режим измерения. Для шаговых структур измерения следует проводить между эквивалентными точками выступов таким образом, чтобы на измеряемом отрезке укладывалось либо 1 шаг (для изображения по п.10.1.3) либо 9 шагов (для изображения по п.10.1.4). Измерения провести $n = 10$ раз, каждый раз смещаясь по структуре.

Для изображения ПО-2 произвести измерения расстояния, соответствующего длине 200 мкм, всего 10 измерений.

10.1.8 На изображении, полученном по п. 10.1.3, проверить возможность измерения линейного размера, равного половине значения шага шаговой структуры (1 мкм). Для этого отрезок, соответствующий значению шага, разбить на два примерно равных отрезка l_1 и l_2 и подтвердить возможность измерений каждого из отрезков l_1 и l_2 .

10.1.9 Вычисление доверительных границ погрешности результатов измерений провести в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011. Вычислить результат измерений линейных размеров элемента \bar{l} длиной 2 мкм по формуле:

$$\bar{l} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} l_i \quad (1)$$

где \bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, мкм;
 l_i – результат i -го измерения расстояния между эквивалентными точками структуры, ($i = 1, 2, \dots, 10$) на изображении по п.10.1.3.

Относительную погрешность измерений линейных размеров δ_1 , для номинального линейного размера $\bar{l} = 2$ мкм вычислить по формуле:

$$\delta_1 = \frac{1}{\bar{l}} (\bar{l} - l_{ref}) \times 100\% \quad (2)$$

где l_{ref} – аттестованное значение линейного размера элемента, мкм

10.1.10 По аналогии с п.10.1.9, вычислить относительные погрешности измерений линейных размеров δ_2 и δ_3 для номинальных значений размеров элемента \bar{l} соответственно 18 мкм и 200 мкм.

10.1.11. Границы относительной погрешности измерений линейных размеров во всем диапазоне от 0,3 до 1000 мкм принимают равными $\pm \delta$, где

$$\delta = \max[|\delta_1|, |\delta_2|, |\delta_3|] \quad (3)$$

10.2 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца (выполняется при наличии в комплекте поставки энергодисперсионного спектрометра)

10.2.1 Установить поверочный образец ПО-3 (стандартный образец состава марганца металлического ГСО 1095-90П) на подложку, используя проводящий скотч. Излишек порошка образца ПО-3 сдуть потоком воздуха.

10.2.2 Установить следующие параметры:

- время обработки – максимальное значение
- время накопления 30 с

10.2.3 Получить электронно-микроскопическое изображение элемента ПО-3 с увеличением около 1000х.

10.2.4 Установить значение интенсивности тока пучка такое, чтобы значение мертвого времени не превышало 10%.

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

10.2.6 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

$$I_{1/2} = I_\phi + (I_{max} - I_\phi)/2 \quad (4)$$

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

$$\Delta E_{Mn} = E_2 - E_1, \quad (5)$$

где значения E_1 и E_2 определяют по п.10.2.6 и выражают в эВ.

10.3 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям

10.3.1 Результаты определения диапазона и относительной погрешности измерений линейных размеров считают положительными, если:

- выполнены требования п.п.10.1.7-10.1.8, при этом диапазоном измерений линейных размеров следует считать диапазон от 0,3 до 1000 мкм;

- границы относительной погрешности измерений линейных размеров $\pm \delta$, определенные по п.10.1.11, удовлетворяют требованию:

$$\delta \leq 5\%$$

10.3.2 Результаты определения энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца считаются положительными, если выполнено условие:

$$\Delta E_{Mn} \leq 129 \text{ эВ},$$

где ΔE_{Mn} определяется по п.10.2.7.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.10.1 и п.10.2 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.3 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 Микроскоп, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится в виде оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке микроскопа.

11.3 При отрицательных результатах поверки микроскоп запрещают к применению. Извещение о непригодности, оформленное в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений, выдают по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Сведения о результатах поверки (положительных или отрицательных) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

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

В.Б. Митюхляев