



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

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

« 19 » января 2025 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Микроскоп просвечивающий электронный измерительный
JEM-2100 Plus**

**Методика поверки
МП СС-61-24-2024**

г. Москва
2024 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на микроскоп просвечивающий электронный измерительный JEM-2100 Plus фирмы «JEOL Ltd.», Япония, зав. № EM1753000180018 (далее – микроскоп) и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

1.2 Микроскоп предназначен 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 прослеживаемость микроскопа просвечивающего электронного измерительного JEM-2100 Plus к Государственному первичному эталону единицы длины – метра ГЭТ 2-2021 и единице международной системы единиц (СИ) – метру обеспечивается в соответствии с локальной поверочной схемой, приведенной в приложении А.

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

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 операции поверки	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первичной 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 разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца	10.2	да	да
4.3 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям	10.3	да	да
5. Оформление результатов поверки	11	да	да

2.2 Проведение поверки не в полном объеме 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.	Стандартный образец параметров шаговой структуры в тонком слое монокристаллического кремния. Границы допускаемых значений абсолютной погрешности для шага и межплоскостного расстояния d_{111} соответственно ± 1 нм и $\pm 0,0005$ нм.	ГСО 10030-2011 (далее ПО-1)
п.10.2 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии $K\alpha$ марганца.	Стандартный образец с массовой долей марганца не менее 95 %.	Стандартный образец состава марганца металлического типа Mn95 (Ф5) ГСО 1095-90П (далее – ПО-2).
п.8.1	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от $+15$ до $+25^{\circ}\text{C}$ с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10 до 75% с абсолютной погрешностью не более $\pm 3\%$.	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 «Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности».

5. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

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

5.2 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- имеющие опыт работы с микроскопами электронными просвечивающими;
- 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 10 до 75

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 Убедиться в соответствии условий проведения поверки требованиям по п.6.

8.2 В соответствии с Руководством по эксплуатации включить микроскоп, 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 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 программу управления TEM Center согласно руководству по эксплуатации;
- в верхней панели программы выбрать меню «Help(H)»;
- в списке выбрать пункт «About»
- в появившемся окне «System Information» считать название программного обеспечения и его версию.

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	
	TEM Center	RADIUS
Идентификационное наименование ПО	1.7.6.1591	1.4
Номер версии (идентификационный номер) ПО		

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение диапазона и относительной погрешности измерений линейных размеров

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 Руководством по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения. Запомнить полученное изображение.

10.1.3 Произвести 5 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:

$$T = \frac{\sum_{i=1}^5 t_i}{5} \quad (1)$$

где t_i – измеренное значение шага, выраженное в нм.

Вычислить отклонение измеренного среднего значения шага шаговой структуры от паспортного:

$$\Delta_1 = T - T_{\text{пасп}} \quad (2)$$

где $T_{\text{пасп}}$ – паспортное значение шага шаговой структуры ГСО, выраженное в нм.

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 5 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:

$$\hat{T} = \frac{\sum_{i=1}^5 \hat{t}_i}{5} \quad (3)$$

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:

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

где $\hat{T}_{\text{пасп}}$ – паспортное значение суммы всех шагов шаговой структуры ГСО, выраженное в нм.

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 5 измерений вычислить среднее значение \hat{T}_{50} параметра T_{50} , выраженное в нм.

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 5 измерений вычислить среднее значение $\hat{T}_{(111)}$ параметра $T_{(111)}$, выраженное в нм.

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

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

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

10.2 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии Ка 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 Ка 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 Ка марганца ($E_1 < E_2$), соответствующие интенсивности линии Ка 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 Ка марганца ΔE_{Mn} , эВ, вычислить 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.

10.3 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям

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

$$|\Delta_l| \leq 0,3 + 0,03 \cdot T \quad (9)$$

$$|\Delta_2| \leq 0,3 + 0,03 \cdot \hat{T} \quad (10)$$

$$|\Delta_3| \leq 0,3 + 0,03 \cdot \hat{T}_{50} \quad (11)$$

$$|\Delta_4| \leq 0,3 + 0,03 \cdot \hat{T}_{(111)} \quad (12)$$

где значение T определяется по формуле (1), значение \hat{T} - по формуле (3), значение \hat{T}_{50} - по п.10.1.9, значение $\hat{T}_{(111)}$ - по п.10.1.11.

При этом следует считать, что пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 200 кВ составляют $\pm(0,3 + 0,03 \cdot L)$ нм, где L - линейный размер, выраженный в нм, а диапазон измерений линейных размеров составляет от 0,0003 до 50 мкм.

10.3.2 Результаты определения энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии $K\alpha$ марганца считают положительными, если выполнено условие:

$$\Delta E_{Mn} \leq 136 \text{ эВ},$$

где ΔE_{Mn} определяется по п.10.2.5.

11 Оформление результатов поверки

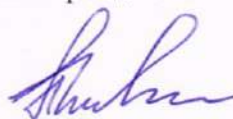
11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.10.1 и п.10.2 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.3 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

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

Локальная поверочная схема для микроскопа просвечивающего электронного
измерительного JEM-2100 Plus

