

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Микроскоп электронный растровый Nova NanoSEM 450 с системами для энергодисперсионного микроанализа, микроанализа с волновой дисперсией и системой анализа дифракции обратно рассеянных электронов

Назначение средства измерений

Микроскоп электронный растровый Nova NanoSEM 450, с системами для энергодисперсионного микроанализа, микроанализа с волновой дисперсией и системой анализа дифракции обратно рассеянных электронов, предназначен для измерений линейных размеров элементов микрорельефа, электроннозондового рентгеноспектрального микроанализа, регистрации и анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов.

Описание средства измерений

Микроскоп электронный растровый Nova NanoSEM 450 с системами для энергодисперсионного микроанализа, микроанализа с волновой дисперсией и системой анализа дифракции обратно рассеянных электронов (далее - микроскоп), представляет собой стационарный лабораторный прибор, состоящий из основной консоли, включающей электронно-оптическую колонну, камеру образцов, вакуумную систему, отдельного блока электроники и управляющего компьютера. Микроскоп оснащен высокоточным предметным столиком с пятью осями перемещения с компьютерным управлением. На портах камеры образцов установлены энергодисперсионный спектрометр (ЭДС) рентгеновского излучения, спектрометр рентгеновского излучения с волновой дисперсией (ВДС) и система регистрации и анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ). Вакуумная система микроскопа включает безмаслянный форвакуумный насос, турбо-молекулярный насос и два ионно-гетерных насоса. Вакуумная система полностью автоматизирована. Система обеспечивает два режима работы – режим высокого вакуума, при котором достигаются наилучшие характеристики пространственного разрешения микроскопа и режим низкого вакуума. В режиме низкого вакуума давление внутри электронной колонны ниже, чем в камере для образцов. В этом режиме можно заполнять камеру образцов парами воды из встроенного сосуда или вспомогательным газом через специальный натекаль. В качестве источника электронов использован катод с эмиссией Шоттки. Это позволяет получать электронно-микроскопические изображения с ультравысоким разрешением и формировать достаточно большие токи зонда для проведения микроанализа. Микроскоп снабжен системой замедления первичных электронов, что обеспечивает диапазон энергий электронов, достигающих поверхности образца, от 20 эВ до 30 кэВ. Микроскоп оборудован детекторами вторичных электронов (ВЭ) и обратно-рассеянных электронов (ОРЭ): детектором типа Эверхарта-Торнли для регистрации ВЭ, внутрилинзовый детектор ОРЭ и ВЭ, внутриколонный детектор, низковакуумным детектором ВЭ. Микроскоп обеспечивает получение электронно-микроскопических изображений в режиме регистрации ВЭ и ОРЭ. В микроскопе использован растровый принцип получения изображений – сфокусированный электронно-оптической системой электронный пучок сканирует по поверхности исследуемого объекта, развертка монитора осуществляется по тому же закону. Яркость изображения модулируется сигналом обратно-рассеянных электронов с полупроводникового детектора. Отношение размера изображения на мониторе к размеру растра на образце определяет увеличение микроскопа.

В микроскоп интегрирован ЭДС на базе безазотного (пельтье-охлаждаемого) кремний дрейфового детектора. Принцип действия детектора основан на явлении генерации электронно-дырочных пар носителей тока в полупроводниках под воздействием фотонов рентгеновского диапазона спектра. В результате генерации пар носителей тока в области p-n перехода

происходит их разделение и формирования импульса заряда, амплитуда которого пропорциональна энергии рентгеновского фотона. Затем импульс заряда преобразуется в импульс напряжения, амплитуда которого также пропорциональна энергии попавшего в детектор фотона. В результате этих операций поток рентгеновских фотонов различной энергии преобразуется в последовательность импульсов напряжения с амплитудами, пропорциональными энергии попавших в детектор фотонов. Эта последовательность поступает на многоканальный анализатор, в результате чего формируется цифровая гистограмма амплитудного распределения импульсов. Пропорциональность амплитуды импульса энергии фотонов позволяет однозначно связать номер канала с энергией рентгеновских фотонов, а число попавших фотонов в данный канал отражает спектральную интенсивность поступающего на детектор рентгеновского излучения. Таким образом, формируется цифровой спектр рентгеновского излучения. Обработка этого спектра по специальной программе позволяет получить сведения об элементном составе облучаемого микрообъема вещества (электронно-зондовый микроанализ).

Аналогичную задачу, но с более высоким энергетическим разрешением и избирательностью, позволяет решить ВДС-спектрометр с шестью кристаллами-анализаторами, также интегрированный с микроскопом. Разложение регистрируемого рентгеновского излучения в спектр осуществляется путем перемещения по кругу Роуланда кристалла-анализатора, что обеспечивает последовательное прохождение определенного диапазона углов скольжения. При выполнении условия Брэгга для данного угла и данной длины волны рентгеновского излучения наблюдается максимум отражения излучения, интенсивность которого регистрируется детектором, расположенном на круге Роуланда. Спектрометр позволяет с высоким энергетическим разрешением получать рентгеновские спектры образцов и измерять спектральные интенсивности линий характеристического рентгеновского излучения исследуемых образцов и образцов сравнения. Обработка данных по специальной программе позволяет получить сведения об элементном составе облучаемого микрообъема вещества (электронно-зондовый микроанализ).

Интегрированная с микроскопом система регистрации и анализа картин ДОРЭ позволяет регистрировать и анализировать картины дифракции обратно рассеянных электронов, возникающих при взаимодействии электронного зонда микроскопа с наклоненно расположенным образцом. Регистрация картин осуществляется с помощью специальной системы регистрации ОРЭ на основе 12-битной CCD камеры. Последующая обработка этих картин с помощью программного обеспечения приставки позволяет кристаллическую фазу и ориентацию кристаллитов. Программное обеспечение приставки интегрировано с программным обеспечением ЭДС, что обеспечивает их совместную работу, в частности для определения фаз неизвестного состава.

При работе микроскопа обеспечиваются безопасные условия труда оператора. При максимальных значениях ускоряющего напряжения и тока зонда мощность эквивалентной дозы рентгеновского излучения в любой доступной точке на расстоянии 10 см от поверхности колонны и камеры объектов микроскопа не превышает 1 мкЗв/ч.



Рисунок 1 - Общий вид микроскопа Nova NanoSEM 450

Программное обеспечение

Программное обеспечение (ПО) «xT microscope Server» является специализированным ПО микроскопа.

ПО «xT microscope Server» предназначено для управления микроскопом, составления измерительных программ и обработки результатов измерений. ПО «xT microscope Server» не может быть использовано отдельно от микроскопа. Конструкция СИ исключает возможность несанкционированного влияния на ПО СИ и измерительную информацию. Метрологически значимая часть ПО микроскопа и измеренные данные достаточно защищены с помощью специальных средств защиты от преднамеренных изменений.

Уровень защиты от непреднамеренных и преднамеренных изменений - «высокий» в соответствии с Р 50.2.077-2014.

Идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части ПО указаны в таблице 1.

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	feisystemcontrol
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.20
Цифровой идентификатор ПО	cdf16d3977468155197f6e87271ee 65f1b2420c95a146853e7d7525e0e d2c68b

ПО микроскопа содержит программы, определяющие специфические настройки прибора для конкретных применений, обеспечивая воспроизводимость сложных процедур (например, формирования изображений, управления захватом изображения, хранением, устройствами вывода данных и т. д.). Программы также управляют аппаратной частью прибора (колонна, детектор(ы), столик, ЭДС, ВДС, система анализа картин ДОРЭ).

Метрологические и технические характеристики
приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Метрологические и технические характеристики

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 15 кэВ, нм	от 10 до $1 \cdot 10^6$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 15 кэВ, %	± 7
Пространственное разрешение, нм, не более при ускоряющем напряжении 1 кВ при ускоряющем напряжении 15 кВ	1,6 1,0
Диапазон химических элементов, характеристическое излучение которых регистрируется с помощью энергодисперсионного спектрометра	от бериллия до америция
Диапазон химических элементов, характеристическое излучение которых регистрируется с помощью спектрометра с дисперсией по длине волны	от бериллия до америция
Энергетическое разрешение энергодисперсионного спектрометра на линии Mn K α , эВ, не более	124
Энергетическое разрешение рентгеновского спектрометра с дисперсией по длине волны на линии Si K α , эВ, не более	4,6
Допускаемое относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рентгеновских спектрометров, %, не более	0,5
Диапазон энергий первичных электронов, достигающих поверхности образца, эВ	от 20 до $3 \cdot 10^4$
Диапазон токов электронного зонда, А	от $6 \cdot 10^{-13}$ до $2 \cdot 10^{-7}$
Масса основной консоли, кг, не более	850
Рабочий диапазон температуры окружающей среды, °С	от 17 до 23
Относительная влажность воздуха при температуре 20 °С, %.	80 \pm 5
Диапазон атмосферного давления, кПа	от 84 до 107
Напряжение питания от сети переменного тока частотой 50 Гц, В	от 210 до 230

Знак утверждения типа

наносится на лицевую панель блока измерительного в виде наклейки и на титульный лист эксплуатационной документации типографским способом.

Комплектность средства измерений

В комплект поставки входят:

- микроскоп электронный сканирующий Nova NanoSEM 450 фирмы FEI Czech Republic s.r.o, Чешская республика - 1 шт.;
- интегрированная с микроскопом система для энергодисперсионного микроанализа с безазотным детектором Quantax 400 фирмы Bruker Nano GmbH, Германия - 1 шт.;
- интегрированная с микроскопом система микроанализа с дисперсией по длине волны XS100-6S-36 фирмы Bruker Nano GmbH, Германия - 1 шт.
- интегрированная с микроскопом система для регистрации и анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов Crystalline 400 фирмы Bruker Nano GmbH, Германия - 1 шт. - 1 шт.;
- «Микроскоп электронный растровый Nova NanoSEM 450. Руководство пользователя»;
- «Система энергодисперсионного рентгеновского микроанализа QUANTAX EDS. Инструкция по эксплуатации»;
- «Высококочувствительный волновой спектрометр для электронной микроскопии QUANTAX WDS. Инструкция по эксплуатации»
- «EBSD - интегрированная аналитическая система высокого разрешения QUANTAX CrystAlign. Инструкция по эксплуатации»;
- комплект запасных частей.

Поверка

осуществляется по документу МП 67009-17 «Микроскоп электронный растровый Nova NanoSEM 450 с системами для энергодисперсионного микроанализа, микроанализа с волновой дисперсией и системой анализа дифракции обратно рассеянных электронов фирмы FEI Czech Republic s.r.o., Чехия. Методика поверки», утвержденному руководителем АО «НИЦПВ» 17.01.2017 г.

Основные средства поверки:

мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К (Госреестр № 33598-06); марганец марок Mn998 или Mn997 по ГОСТ 6008-90; монокристаллический кремний марки ЭКЭФ-О.1-24 по ГОСТ 19658-81.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого микроскопа с требуемой точностью.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Сведения о методиках (методах) измерений

приведены в эксплуатационном документе.

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к микроскопу электронному растровому Nova NanoSEM 450 с системами для энергодисперсионного микроанализа, микроанализа с волновой дисперсией и системой анализа дифракции обратно рассеянных электронов

Техническая документация фирмы - изготовителя.

Изготовитель

Фирма FEI Czech Republic s.r.o., Чехия
Адрес: IČ 46971629 , Vlastimila Pecha 1282/12, 627 00 Brno, Czech Republic
Тел: +420 513 245 111
Факс: +420 513 242 108

Заявитель

Общество с ограниченной ответственностью «Мелитэк» (ООО «Мелитэк»)
Адрес: 117342, Москва, ул. Обручева, д. 34/63, строение 2
Тел./факс: (495) 781-07-85
E-mail: info@melvtec.ru

Испытательный центр

Акционерное общество «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума» (АО «НИЦПВ»), регистрационный номер RA.RU.311409
Адрес: 119421, г. Москва, ул. Новаторов, д. 40, корп. 1
Тел./факс: (495) 935-97-77, E-mail: nicpv@mail.ru

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

С.С. Голубев

М.п. « ____ » _____ 2017 г.