

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов

21 02 2022 г.

**«ГСИ. Установка для измерения размеров частиц
на поверхности пластин Surfscan SP1^{TVI}. Методика поверки»**

МП 010.РЗ-22

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

 С.Н. Негода

« 21 » 02 2022 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

 В.Н. Крутиков

« 21 » 02 2022 г.

г. Москва
2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки применяется для поверки установки для измерения размеров частиц на поверхности пластин Surfscan SP1^{TBI} (далее по тексту – установка), предназначенной для контроля частиц на поверхности пластин без топологического рисунка, и устанавливает операции при проведении ее первичной и периодической поверки.

1.2 По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к ГЭТ 163-2020 «Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов». Поверка установки выполняется методом непосредственного сличения.

1.3 Метрологические характеристики установки указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений размеров частиц, мкм	от 0,10 до 1,00
Пределы допускаемого относительного среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности измерения размеров частиц, %:	
– в диапазоне размеров от 0,1 до 0,3 мкм включ.	± 2
– в диапазоне размеров св. 0,3 до 1,0 мкм включ.	± 5
Пределы допускаемой относительной систематической составляющей погрешности измерений размеров частиц в диапазоне размеров от 0,1 до 1,0 мкм включ, %	± 10

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Проверка программного обеспечения средства измерения	Да	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерения	Да	Да	10
Определение диапазона измерений и относительной систематической составляющей погрешности измерений размеров частиц.	Да	Да	10.1

Определение относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений размеров частиц			
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 20 до + 24;
- относительная влажность воздуха, %, не более 50;
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106;
- пределы допускаемого отклонения температуры окружающей среды за 1 час, °С ± 1.

3.2 Рядом с установкой не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую Методику поверки и Руководство по эксплуатации установки;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,2 °С; Средства измерений относительной	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М» рег. № 32014-11

	<p>влажности воздуха в диапазоне до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,13 кПа</p>	
<p>п. 10 Определение метрологических характеристик</p>	<p>Эталоны единиц дисперсных параметров взвесей в диапазоне значений размеров частиц от 1 до 6000 нм, дзета-потенциала частиц в диапазоне от минус 150 до плюс 150 мВ, по локальной поверочной схеме для средств измерений размеров дефектов на кремниевых пластинах в диапазоне значений от 0,1 до 1,0 мкм, утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 02.02.2022, в диапазоне измерений размеров частиц от 1 до 6000 нм, с пределом допускаемой основной относительной погрешности Δ_0 9 %</p>	<p>Государственный рабочий эталон единиц дисперсных параметров взвесей в диапазоне значений размеров частиц от 1 до 6000 нм, дзета-потенциала частиц в диапазоне от минус 150 до плюс 150 мВ (далее – рабочий эталон), диапазон измерений размеров частиц от 1 нм до 6000 нм, пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений при передаче единицы размера частиц ± 9 %,</p>
	<p>Водные растворы монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса с размерами частиц от 0,1 мкм до 1,0 мкм</p>	<p>Водный раствор монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса с размером частиц 0,1 мкм Водный раствор монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса с размером частиц 0,2 мкм Водный раствор монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса с размером частиц 1,0 мкм</p>

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

5.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Помещение, в котором проводятся измерения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок,

указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Внешним осмотром установки должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер установки;
- соответствие комплектности установки требованиям эксплуатационной документации и описанию типа;
- отсутствие на корпусе установки механических повреждений, влияющих на ее работоспособность;
- чистота гнезд, разъемов и клемм.

7.2 Установка считается прошедшей операцию поверки, если она соответствует всем перечисленным выше требованиям.

8 Проверка программного обеспечения средства измерений

8.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.2 Установка признается прошедшей операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SURFSCAN SP1 MX
Номер версии (идентификационный номер) ПО	MX 4.20.7199

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Привести установку и средства поверки в рабочее состояние в соответствии с технической документацией на них и выдержать в помещении, где проводят поверку, не менее 1 часа.

9.2 Подготовить кремниевую пластину с нанесенными на нее монодисперсными микрочастицами полистирольного латекса, в соответствии с приложением А настоящей методики поверки, с размером частиц 0,2 мкм.

9.3 Опробование производится путем измерения отклонения размера частиц на кремниевых пластинах с нанесенным на них частицами от номинального значения. Для проведения опробования необходимо:

9.3.1 Установить на приемное устройство установки SMIF-контейнер с кремниевой пластиной, на которую нанесены частицы размером 0,2 мкм.

9.3.2 Провести последовательно 10 измерений в режиме сканирования с высокой чувствительностью для узкого и широкого канала измерения при нормальном и

наклонном угле падения лазерного излучения. После каждого из измерений компьютерная программа строит гистограмму распределения частиц по размерам.

9.3.3 По гистограмме распределения определить значения среднего размера частиц.

9.3.4 Рассчитать относительную разницу измеренного среднего значения размеров частиц с номинальным.

9.3.5 Установка считается прошедшей опробование, если операции были выполнены без сбоев и программное обеспечение не выдает сообщение об ошибке, а среднее значение размера частиц отличается от номинального не более чем на 5 %.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение диапазона измерений и относительной систематической составляющей погрешности измерений размеров частиц. Определение относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений размеров частиц

10.1.1 Привести установку и средства поверки в рабочее состояние в соответствии с п. 9.1.

10.1.2 Подготовить кремниевые пластины с нанесенными на них монодисперсными микрочастицами полистирольного латекса, в соответствии с приложением А настоящей методики поверки, с размерами частиц 0,1; 0,2 и 1,0 мкм соответственно.

10.1.3 Для кремниевой пластины, на которую нанесены частицы с размером 0,1 мкм, провести последовательно 10 измерений на установке в режиме сканирования с высокой чувствительностью для узкого и широкого канала измерения при нормальном и наклонном угле падения лазерного излучения.

10.1.4 По гистограмме распределения определить значения среднего размера частиц.

10.1.5 Провести последовательно измерения в соответствии с п.п. 10.1.3 – 10.1.4 настоящей методики поверки для кремниевых пластин, на которые нанесены частицы с размером частиц 0,2 и 1,0 мкм соответственно.

10.1.6 Записать полученные данные.

10.2 Определение номинального размера частиц, используемых для нанесения на пластину

10.2.1 Подготовить рабочий эталон к работе в соответствии с технической документацией на него.

10.2.2 Провести на рабочем эталоне 10 измерений размеров монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса, находящихся в виде водного раствора, используемых для нанесения на кремниевые пластины.

11 Подтверждение соответствия метрологическим требованиям

11.1 Для результатов измерений размеров частиц, полученных в соответствии с п.п. 10.1.2 – 10.1.5 настоящей методики поверки, рассчитать полученные средние значения размеров частиц для кремниевых пластин, на которые нанесены частицы с размерами 0,1; 0,2 и 1,0 мкм соответственно, по формуле

$$d_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^N d_i}{N}, \quad (1)$$

где d_i – измеренный размер частицы в i -ом измерении, мкм, N – количество измерений.

11.2 По формуле (1) рассчитать номинальный размер частиц ($d_{ном}$), используемых для нанесения на кремниевую пластину, определенный в соответствии с п. 10.2 настоящей методики поверки.

11.3 Рассчитать относительную систематическую составляющую погрешности измерения размеров частиц, полученных в соответствии с п.п. 10.1.2 – 10.1.5 настоящей методики поверки, для кремниевых пластин, на которые нанесены частицы с размерами 0,1; 0,2 и 1,0 мкм соответственно, по формуле

$$\Delta = \frac{|d_{cp} - d_{ном}|}{d_{ном}} \cdot 100, \quad (2)$$

где d_{cp} – средний размер частиц, рассчитанный по формуле (1), мкм, $d_{ном}$ – номинальный размер частиц, определенный в соответствии с п. 10.2 настоящей методики поверки, нанесенных на пластину, мкм.

11.4 Рассчитать значение относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения размеров частиц, полученных в соответствии с п.п. 10.1.2 – 10.1.5 настоящей методики поверки, для кремниевых пластин, на которые нанесены частицы с размерами 0,1; 0,2 и 1,0 мкм соответственно, по формуле

$$S = \frac{1}{d_{cp}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (d_i - d_{cp})^2}{N-1}} \cdot 100\%, \quad (3)$$

где d_i – измеренный размер частицы в i -ом измерении, мкм, d_{cp} – средний размер частицы, рассчитанный по формуле (1), мкм, N – количество измерений.

11.5 Результат поверки диапазона измерений размеров частиц считать положительным, если полученные рассчитанные значения:

- относительной систематической составляющей погрешности измерений размеров частиц для крайних точек измеряемого диапазона размеров частиц 0,1 мкм и 1,0 мкм не более 10 %;
- относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений размеров частиц для частиц размером 0,1 мкм не более 2 %, для частиц размером 1,0 мкм не более 5 %.

11.6 Результат поверки относительной систематической составляющей погрешности измерений размеров частиц считать положительным, если полученные значения допускаемой относительной систематической составляющей погрешности измерений размеров частиц в диапазоне размеров от 0,1 до 1,0 мкм включ. не более 10 %.

11.7 Результат поверки относительного среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений размеров частиц считать положительным, если полученные значения допускаемого относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) случайной составляющей погрешности измерения размеров частиц:

- в диапазоне размеров от 0,1 до 0,3 мкм включ. не более 2 %;
- в диапазоне размеров св. 0,3 до 1,0 мкм включ. не более 5 %.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении Б. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 При положительных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

12.3 При отрицательных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

12.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Зам. начальника лаборатории ФГУП «ВНИИОФИ»

Ведущий научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»

Научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»



В.И. Нагаев



А.Д. Левин



М.К. Аленичев

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

МЕТОДИКА НАНЕСЕНИЯ НА ПОВЕРХНОСТЬ ПЛАСТИН ЧАСТИЦ

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика нанесения на поверхность пластины частиц с известным размером (далее по тексту – методика) регламентирует процедуру нанесения на поверхность пластины диаметром 200 мм частиц с известным размером на основе водных растворов монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса. Пластины, с нанесенными на них частицами, предназначены для поверки установки для измерения размеров частиц на поверхности пластин Surfscan SP1^{TVI} фирмы KLA-Tencor.

А.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

А.2.1 Дозаторы пипеточные с переменным объемом от 20 до 200 мкл и от 100 до 1000 мкл (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 43129-09). Пределы допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm (2,0...1,5) \%$, $\pm (1,5...1,0) \%$ соответственно. Пределы допускаемого среднеквадратичного отклонения случайной составляющей относительной погрешности от 3,0 до 2,0 %, от 2,0 до 1,0 % соответственно.

А.2.2 Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М» (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 32014-11).

А.2.3 Водный раствор монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса с размером частиц 0,1 мкм.

А.2.4 Водный раствор монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса с размером частиц 0,2 мкм.

А.2.5 Водный раствор монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса с размером частиц 1,0 мкм.

А.2.6 Вода для лабораторного анализа, степень чистоты 2, ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

А.2.7 Установка центрифугирования CEE® Model 200DBX, производства фирмы Brewer Science.

Допускается применение для нанесения другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

А.2.8 Кремниевые пластины диаметром 200 мм спецификации SI D200 P CZ100 R1-50 T725 TEST POLISHED SILICON WAFER, производства фирмы MEMC Korea Company.

Допускается применение других кремниевых пластин с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

А.2.9 SMIF-контейнер M200 – E011 фирмы Entegris (США) или 8” SMIF Pod A Plus (P/N 8300000000) фирмы SKPlas.

А.2.10 Кассета KA198 – 80MB – 47C02 (PEEK)

А.2.11 Наконечники полимерные, одноразовые, объем 0,25 и 1,00 см³.

А.2.12 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные, ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (с Изменениями N 1-4)».

А.3 Требования безопасности

А.3.1 При проведении операций по нанесению на поверхность пластины частиц возможны следующие виды опасностей:

- опасность поражения электрическим током;
- порезы;
- механические травмы.

Источниками поражения электрическим током являются открытые токоведущие и незаземлённые части оборудования, находящиеся под напряжением, неисправные блоки, нарушенная изоляция соединительных проводов и кабелей и неисправное заземление.

Источником порезов являются пластины при их бое.

Источниками механических травм являются движущиеся части центрифуги.

А.3.2 Помещение, в котором осуществляется нанесение на поверхность пластины частиц, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 «Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования».

А.3.3 Эксплуатация используемого оборудования должно производиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019-2017 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

А.3.4 Производственная гигиена на участке должна соответствовать требованиям СТП (чистота помещения класса Р6 (1000)), «Технические требования, организация обеспечения и контроля электронной гигиены в производстве интегральных микросхем».

А.3.5 При проведении работ в чистом помещении, в дополнение к СТП, выполняйте требования инструкции «Общие правила работы персонала в производственных помещениях участка 200 мм».

А.3.6 Помещение, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией.

А.3.7 Работу по приготовлению и использованию пластин необходимо проводить в средствах индивидуальной защиты: перчатки, халат, очки по ГОСТ 12.4.011 «Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация».

А.3.8 Готовые пластины после проведения измерений подлежат утилизации в установленном в организации порядке.

А.4 Требования к квалификации оператора

Приготовление рабочих растворов может осуществлять лаборант, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

А.5 Условия нанесения частиц на пластины

Нанесение частиц на пластины проводят при соблюдении в помещении следующих условий:

- температура окружающего воздуха (21 ± 3) °С;
- атмосферное давление (96 – 104) кПа;
- относительная влажность воздуха не более 70 %.

А.6 Нанесение частиц на пластины

А.6.1 Нанесение частиц размером 0,1 мкм

А.6.1.1 2,0 см³ водного раствора монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса, согласно п. А.2.3 настоящей методики, разбавляют в 200 см³ воды для лабораторного анализа, согласно п. А.2.6 настоящей методики.

А.6.1.2 Устанавливают в центрифугу, согласно п. А.2.7, предварительно смоченную в воде для лабораторного анализа, согласно п. А.2.6, пластину, согласно п. А.2.8.

А.6.1.3 Нанесение частиц, приготовленных в соответствии с п. А.6.1.1 настоящей методики, осуществляют с использованием центрифуги, согласно п. А.2.7, при 200 об/мин путем введения частиц, приготовленных в соответствии с п. А.6.1.1 настоящей методики, в центрифугу в течение 3 секунд. После чего проводят в центрифуге сушку пластины при 4000 об/мин в течение 15 секунд при температуре (21 ± 3) °С.

А.6.1.4 По завершению сушки пластину помещают в SMIF-контейнер, в соответствии с п. А.2.9 настоящей методики.

А.6.2 Нанесение частиц размером 0,2 мкм

А.6.2.1 2,0 см³ водного раствора монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса, согласно п. А.2.4 настоящей методики, разбавляют в 200 см³ воды для лабораторного анализа, согласно п. А.2.6 настоящей методики.

А.6.2.2 Устанавливают в центрифугу, согласно п. А.2.7, предварительно смоченную в воде для лабораторного анализа, согласно п. А.2.6, пластину, согласно п. А.2.8.

А.6.2.3 Нанесение частиц, приготовленных в соответствии с п. А.6.2.1 настоящей методики, осуществляют с использованием центрифуги, согласно п. А.2.7, при 200 об/мин путем введения частиц, приготовленных в соответствии с п. А.6.2.1 настоящей методики, в центрифугу в течение 3 секунд. После чего проводят в центрифуге сушку пластины при 4000 об/мин в течение 15 секунд при температуре (21 ± 3) °С.

А.6.2.4 По завершению сушки пластину помещают в SMIF-контейнер, в соответствии с п. А.2.9 настоящей методики.

А.6.3 Нанесение частиц размером 1,0 мкм

А.6.3.1 2,0 см³ водного раствора монодисперсных микрочастиц полистирольного латекса, согласно п. А.2.5 настоящей методики, разбавляют в 200 см³ воды для лабораторного анализа, согласно п. А.2.6 настоящей методики.

А.6.3.2 Устанавливают в центрифугу, согласно п. А.2.7, предварительно смоченную в воде для лабораторного анализа, согласно п. А.2.6, пластину, согласно п. А.2.8.

А.6.3.3 Нанесение частиц, приготовленных в соответствии с п. А.6.3.1 настоящей методики, осуществляют с использованием центрифуги, согласно п. А.2.7, при 200 об/мин путем введения частиц, приготовленных в соответствии с п. А.6.3.1 настоящей методики, в центрифугу в течение 3 секунд. После чего проводят в центрифуге сушку пластины при 4000 об/мин в течение 15 секунд при температуре (21 ± 3) °С.

А.6.3.4 По завершению сушки пластину помещают в SMIF-контейнер, в соответствии с п. А.2.9 настоящей методики.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)
Примерная форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ _____ ПОВЕРКИ № _____

Установка для измерения размеров частиц на поверхности пластин Surfscan SP1^{TBI}
 (наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)

Заводской номер:	
Год выпуска:	
Регистрационный номер в ФИФ:	
Владелец СИ:	
ИНН владельца СИ:	
Применяемые эталоны:	
Применяемая методика поверки:	
Место проведения поверки:	
Условия поверки:	
– температура окружающего воздуха, °С	
– атмосферное давление, кПа	
– относительная влажность воздуха, %	

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Опробование:
3. Определение метрологических характеристик:

Наименование характеристики	Единица измерения	Измеренное значение	По описанию типа	Вывод о соответствии
Диапазон измерений размеров частиц	мкм		от 0,1 мкм до 1,0 мкм	
Относительное среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерения размеров частиц:	%			
– для частиц размером от 0,1 мкм до 0,3 мкм			± 2	
– для частиц размером от 0,3 мкм до 1,0 мкм			± 5	
Относительная систематическая составляющая погрешности измерений размеров частиц от 0,1 мкм до 1,0 мкм	%		± 10	

Поверитель _____ ФИО