

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов

// _____ 2022 г.

**«ГСИ. Системы контроля толщины сухой пленки SpecMetrix DFT-QA lab.
Методика поверки»**

МП 049.Д4-22

Москва
2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	3
2 Перечень операций поверки средства измерений.....	3
3 Требования к условиям проведения поверки	4
4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	4
5 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	4
6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	5
7 Внешний осмотр средства измерений.....	5
8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
9 Проверка программного обеспечения средства измерений.....	6
10 Определение метрологических характеристик средства измерений	7
11 Подтверждение соответствия средств измерений метрологическим требованиям	8
12 Оформление результатов поверки.....	9
Приложение А	10
Приложение Б.....	11

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на системы контроля толщины сухой пленки SpecMetrix DFT-QA lab (далее по тексту – системы), предназначенные для измерений толщины полимерной пленки и толщины полимерных покрытий на подложке или без нее бесконтактным способом, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к ГЭТ 2-2021 посредством Государственной поверочной схемы для средств измерений толщины покрытий в диапазоне значений от 1 до 120000 мкм, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23.12.2019 № 3276 и посредством Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.12.2018 № 2840. Поверка системы выполняется методом прямых измерений.

1.3 Метрологические характеристики систем указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений толщины полимерной пленки и толщины полимерных покрытий на подложке или без нее, мкм - для датчика вида VIS; - для датчика вида NIR; - для датчика вида EXR.	от 10 до 50 от 10 до 180 от 10 до 250
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений толщины полимерной пленки и толщины полимерных покрытий на подложке или без нее, мкм - в диапазоне от 10 до 35 включ. - в диапазоне св. 35 до 250	$\pm (0,5+0,03 \cdot N^*)$ $\pm (0,7+0,02 \cdot N^*)$

* N – измеренное значение толщины, мкм.

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 2 – Операции первичной и периодической поверок

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
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений		-	10
Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений толщины пленки и	да	да	10.1

толщины покрытий на подложке или без нее			
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

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

2.3 Поверка системы прекращается в случае получения отрицательного результата при проведении хотя бы одной из операций, а систему признают не прошедшей поверку.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха (65 ± 15) %;
- атмосферное давление (100 ± 4) кПа;
- напряжение сети переменного тока (220 ± 20) В;
- частота сети переменного тока (50 ± 1) Гц.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Лица, допускаемые к проведению поверки, должны пройти обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений, изучить устройство и принцип работы средств поверки по эксплуатационной документации.

4.2 К проведению поверки допускают лиц, изучивших правила по охране труда при эксплуатации электроустановок (ПОТЭЭ), приложение к приказу Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 № 903н и имеющие квалификационную группу не ниже III.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяются средства, указанные в таблице 3.

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

5.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемой системы с требуемой точностью.

Таблица 3 – Метрологические и технические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.3 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 до 25 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне до 80 % с погрешностью не более ± 3 %;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 96 до 104 кПа с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ кПа.</p> <p>Средства измерений напряжения питающей сети в диапазоне от 200 до 240 В с относительной погрешностью не более 1 %;</p>	<p>Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп», рег. № 32014-06</p> <p>Мультиметр цифровой U1241В, рег. № 41432-10</p>

	Средства измерений частоты питающей сети в диапазоне от 45 до 55 Гц с абсолютной погрешностью не более 0,1 Гц	
п. 10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений толщины пленки и толщины покрытий на подложке или без нее	Меры толщины покрытий в ранге рабочего эталона согласно ГПС, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23.12.2019 № 3276 в диапазоне измерений толщины покрытий от 10 до 250 мкм с абсолютной погрешностью от 0,7 до 5,5 мкм	Меры толщины покрытий МТ, рег. № 50316-12 (далее по тексту – меры)
Вспомогательное оборудование		
п. 10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений толщины пленки и толщины покрытий на подложке или без нее	Устройство для вращения пленок (Приложение А).	

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Работа с системой и средствами поверки должна проводиться согласно требованиям безопасности, указанным в их нормативно-технической и эксплуатационной документации.

6.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности согласно ГОСТ 12.3.019-80.

6.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

6.4 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.20 № 903н.

6.5 Система должна быть заземлена по ГОСТ 12.1.030-81.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие системы следующим требованиям:

- комплектность системы должна соответствовать ее руководству по эксплуатации (далее – РЭ) и описанию типа;

- должны отсутствовать явные механические повреждения, влияющие на работоспособность системы;

- должна присутствовать маркировка системы в соответствии с РЭ и описанию типа.

7.2 Система считается прошедшей операцию поверки с положительным результатом, если она соответствует требованиям, приведенным в пункте 7.1.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Если система и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в пункте 3.1, то их выдерживают при этих условиях не менее часа, или времени, указанного в эксплуатационной документации.

8.2 Подготовить систему и средства поверки к работе в соответствии с их РЭ.

8.3 Подключить оптоволоконные кабели для источника света и для приемника (зонд) в соответствующие разъемы системы согласно РЭ. Подключить систему к розетке со скобами заземления (для системы требуется чистый заземленный источник питания от 200 до 240 В переменного тока).

8.4 Включить систему, нажав кнопку включения. При наличии измерительного блока EXR включить тумблер включения и подключить его к системе при помощи сетевого кабеля.

8.5 Запустить ПО «SpecMetrix Menu». Нажать на кнопку «Встроенная».

8.6 После загрузки ПО «SA Inline» выбрать вкладку в соответствии с видом (типом) датчика, к которому подключен зонд.

8.7 Выбрать любой рецепт из списка и нажать кнопку «Пуск».

8.8 Убедиться в работоспособности источника света путем наблюдения свечения на конце зонда.

8.9 Нажать кнопку «Остановить», затем закрыть окно ПО «SA Inline».

8.10 Система считается прошедшей операцию поверки с положительным результатом, если включение прошло успешно, получено свечение от зонда.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Запустить ПО «SpecMetrix Menu».

9.2 Нажать на кнопку «DTF QA офлайн». После загрузки ПО «QA Offline» прочитать идентификационное наименование и номер версии ПО в заголовке окна. Проверить идентификационные данные ПО на соответствие значениям, приведенным в таблице 4, затем закрыть окно ПО «QA Offline».

9.3 Нажать на кнопку «Встроенная». После загрузки ПО «SA Inline» прочитать идентификационное наименование и номер версии ПО в заголовке окна. Проверить идентификационные данные ПО на соответствие значениям, приведенным в таблице 4, затем закрыть окно ПО «SA Inline».

9.4 Нажать на кнопку «Диспетчер данных». После загрузки ПО «SA Data Manager» прочитать идентификационное наименование и номер версии ПО в заголовке окна. Проверить идентификационные данные ПО на соответствие значениям, приведенным в таблице 4, затем закрыть окно ПО «SA Data Manager».

9.5 Нажать на кнопку «Анализ». После загрузки ПО «SA Analysis Tool» прочитать идентификационное наименование и номер версии ПО в заголовке окна. Проверить идентификационные данные ПО на соответствие значениям, приведенным в таблице 4, затем закрыть окно ПО «SA Analysis Tool».

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение			
	Идентификационное наименование ПО	QA Offline	SA Inline	SA Data Manager
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.4.3			
Цифровой идентификатор ПО	-			

9.6 Система считается прошедшей операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО системы соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений толщины пленки и толщины покрытий на подложке или без нее

10.1.1 Установить зонд на штатив для крепления зонда, предварительно установив на зонд собирающую линзу.

10.1.2 Установить меру с номинальным значением толщины 10 мкм во вспомогательное устройство (Приложение А).

10.1.3 Нажать на кнопку «Диспетчер данных».

10.1.4 После загрузки ПО «SpecMetrix Data Manager» создать рецепт. Для этого нажать кнопку «Логин». В появившемся окне ввести имя пользователя и пароль (указано в РЭ), затем нажать кнопку «Логин».

10.1.5 Нажать кнопку «Новый рецепт».

10.1.6 В появившемся окне «Recipe Editor» нажать кнопку «Помощник рецептов».

10.1.7 В появившемся окне «SA Recipe Assistant» нажать кнопку «Next», затем ввести значения параметров:

Наименование параметра	Значение параметра
Имя рецепта	10мкм*
Единицы измерения	Microns
Тип датчика	NIR**
Тип рецепта	Standard
Измеренное состояние	Measured Dry
Состояние выхода	Results as Dry

* Наименование в соответствии с измеряемой мерой;
** Вид датчика в соответствии с подключением зонда

10.1.8 Нажать кнопку «Next».

10.1.9 Выбрать из списка цвет покрытия в соответствии с измеряемой мерой и нажать кнопку «Next».

10.1.10 Задать имя измеряемого слоя и нажать кнопку «Next».

10.1.11 Для параметра «Спецификация цели» задать значение в соответствии с действительным значением измеряемой меры, для параметра «Диапазон» указать значения, соответствующие 10 % от действительного значения измеряемой меры и нажать кнопку «Подсчитывать».

10.1.12 Нажать кнопку «Next», затем «Finish».

10.1.13 В группе параметров «Спектральный диапазон» нажать кнопку «...» (в соответствии с видом используемого датчика) для вызова окна «Редактор спектра».

10.1.14 В окне «Редактор спектра» для параметра «IOR» установить значение в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 – Значения рефракционного индекса для мер толщины покрытий МТ (полиэтилен-терефталатная пленка)

Вид датчика (спектральный диапазон)	Номинальная толщина меры, мкм							
	10	20	35	50	70	100	180	250
VIS	1,70	1,71	1,71	1,67	-	-	-	-
NIR	1,65	1,69	1,68	1,68	1,68	1,66	1,63	-
EXR	1,60	1,69	1,69	1,69	1,69	1,66	1,65	1,65

10.1.15 Нажать кнопку «Сохранить».

10.1.16 Закрыть окно ПО «SpecMetrix Data Manager».

10.1.17 Нажать на кнопку «DTF QA офлайн».

10.1.18 После загрузки ПО «QA Offline» выбрать вкладку в соответствии с видом используемого датчика (подключением зонда).

10.1.19 Нажать кнопку «Опции» и в появившемся окне ввести значения параметров:

Наименование параметра	Значение параметра
Счет	5
Время сканирования	5
Время интеграции (microseconds)	2000
Оценить CSAR	Вкл
Внешний запуск	Выкл

10.1.20 Выбрать режим «Scan».

10.1.21 Выбрать созданный рецепт из списка (в соответствии с измеряемой мерой) и нажать кнопку «Инициировать».

10.1.22 Нажать кнопку «Scan» и установить зонд таким образом, чтобы пучок света был сфокусирован на поверхности измеряемой меры. Нажать кнопку «Cancel».

10.1.23 Включить вспомогательное устройство.

10.1.24 Нажать кнопку «Scan».

10.1.25 Дождаться окончания измерения и считать показание (соответствующее виду используемого датчика) толщины меры с экрана системы.

10.1.26 Выполнить пункты 10.1.24 – 10.1.25 еще четыре раза.

10.1.27 Нажать кнопку «Закончить» и закрыть окно ПО «QA Offline».

10.1.28 Выключить вспомогательное устройство.

10.1.29 Установить меру со следующим номинальным значением толщины согласно таблице 5 во вспомогательное устройство и выполнить пункты 10.1.3 – 10.1.28.

10.1.30 Выполнить пункты 10.1.1 – 10.1.29 со всеми видами датчиков во всем диапазоне измерений толщины поверяемой системы согласно таблице 5.

10.1.31 Выполнить пункты 10.1.1 – 10.1.2, 10.1.17 – 10.1.30 со всеми зондами, входящими в состав системы.

10.1.32 Выключить вспомогательное устройство. Выключить систему, нажав на кнопку «Отключение Windows».

10.1.33 Произвести обработку результатов измерений в соответствии с пунктом 11.1.

11 Подтверждение соответствия средств измерений метрологическим требованиям

11.1 Расчет абсолютной погрешности измерений толщины пленки и толщины покрытий на подложке или без нее

11.1.1 Рассчитать среднее арифметическое значение толщины меры (пленки) H_{cp} , мкм, рассчитываемое для каждой меры и для каждого вида датчика по формуле

$$H_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{n}, \quad (1)$$

где H_i – значение i -го измерения, мкм;

n – количество измерений.

11.1.2 Для каждой меры и для каждого вида датчика рассчитать абсолютную погрешность измерений толщины ΔH , мкм, по формуле

$$\Delta H = H_{cp} - H_0, \quad (2)$$

где H_{cp} – среднее арифметическое значение толщины по пяти измерениям, мкм;

H_0 – действительное значение толщины из протокола поверки на комплект мер, мкм.

11.1.3 Система считается прошедшей операцию поверки с положительным результатом, если полученные при проверке значения соответствуют таблице 1.

11.2 Система считается прошедшей поверку с положительным результатом и допускается к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом. В ином случае, система считается прошедшей поверку с отрицательным результатом и не допускается к применению.

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 заявлению владельца средства измерений может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

12.3 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

12.4 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела
ФГУП «ВНИИОФИ»



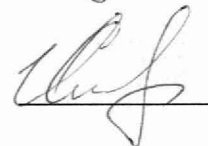
А.В. Иванов

Инженер 1 категории
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.С. Крайнов

Инженер 1 категории
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.А. Смирнова

**Приложение А
(Обязательное)**

Эскиз устройства для вращения пленок

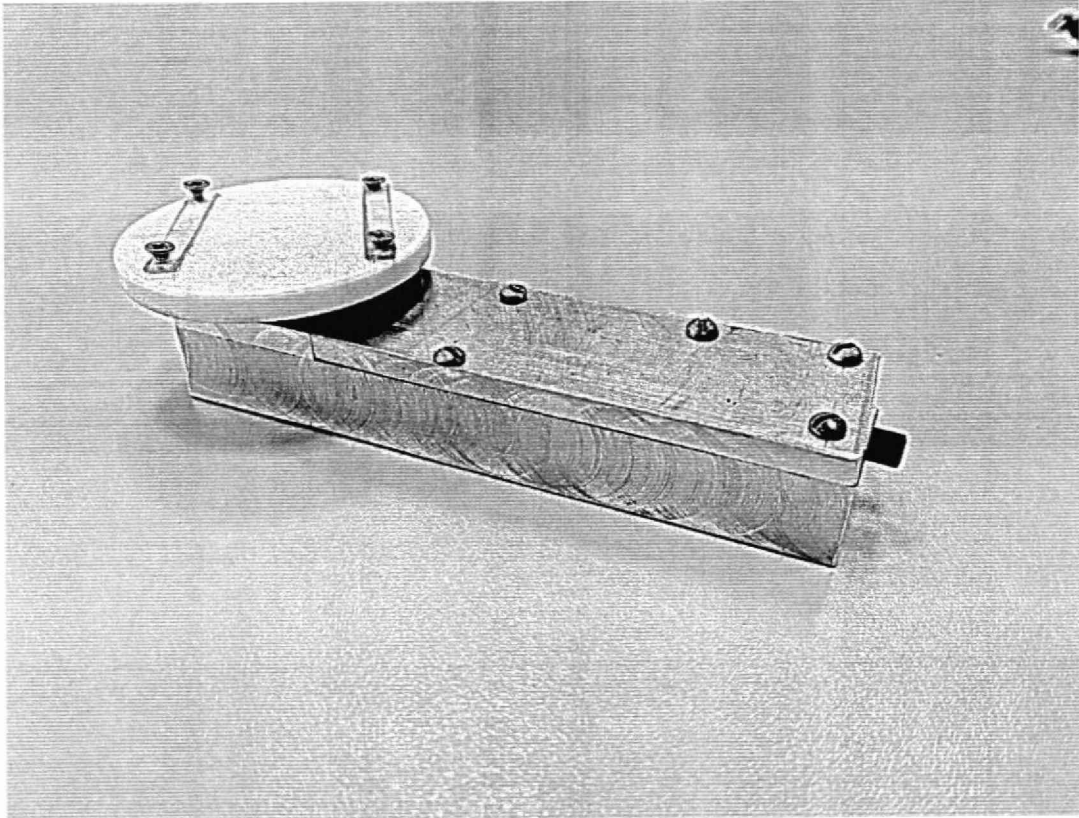


Рисунок А.1 – Эскиз устройства для вращения пленок

Устройство состоит из мотора в корпусе, который обеспечивает его устойчивое положение. Мотор осуществляет постоянное вращение столика, на котором расположено приспособление, обеспечивающее надежное крепление меры к столику при его вращении.

Приложение Б
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ первичной/периодической поверки №
от « _____ » _____ 20__ года

Средство измерений: _____

Заводской номер: _____

Год выпуска: _____

Состав: _____

Принадлежащее: _____

Поверено в соответствии с методикой поверки: _____

При следующих значениях влияющих факторов:

Температура окружающей среды _____;

Атмосферное давление _____;

Относительная влажность _____;

С применением эталонов: _____

Результаты поверки:

A.1 Внешний осмотр _____

A.2 Проверка идентификации ПО _____

A.3 Опробование _____

A.4 Результаты определения метрологических характеристик:

10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений расстояний между обнаруженными объектами и глубины залегания обнаруженного объекта

Таблица 1

Номинальное значение толщины меры, мкм	10	20	35	50	70	100	180	250
Действительное значение толщины меры, мкм								
1								
2								
3								
4								
5								
Среднее арифметическое значение толщины покрытий, мкм								
Абсолютная погрешность измерений толщины покрытий, мкм								
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений толщины покрытий, мкм								

Заключение: _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Поверитель: _____ / _____ /

Подпись

ФИО