



УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов

« 02 » 12 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ЭЛЛИПСОМЕТРЫ СПЕКТРАЛЬНЫЕ OPTIREADER™

Методика поверки
МП 059.М44-19

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

« 02 » 12 2019 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков

« 02 » 12 2019 г.

Москва 2019г.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	3
1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	3
2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	3
3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	4
4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	5
5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
6.1 Внешний осмотр	5
6.2 Опробование и идентификация программного обеспечения.....	5
6.3 Определение метрологических характеристик	6
6.3.1 Определение диапазона и пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений толщины покрытий	6
7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	10
ПРИЛОЖЕНИЕ А	12

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика поверки распространяется на эллипсометры спектральные OptiReader™ (далее по тексту – эллипсометры), изготовленные «Petroleum Analyzer Company, L.P.», США, предназначенные для бесконтактных автоматизированных измерений толщины оптических покрытий, образующихся на нагревательных трубках в процессе взаимодействия жидкого топлива для газотурбинных двигателей с нагретой до определенной температуры поверхностью трубок и устанавливает методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

1.2 При проведении поверки должны быть выполнены операции, перечисленные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1	2	3	4
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование и идентификация программного обеспечения.	6.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик:	6.3		
Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений толщины покрытий	6.3.1	Да	Да

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

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяются средства поверки, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.3.1	Основные: Меры толщины покрытий цилиндрические (Комплект №3), входящие в состав Рабочего эталона единицы длины в области измерений толщины оптических покрытий в диапазоне значений от 10 до 1000 нм 3.1.ZZA.0123.2019; Номинальная толщина покрытий мер:

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.3.1	OptiReader™-27.....27,0 нм; OptiReader™-48.....49,8 нм; OptiReader™-81.....83,9 нм; OptiReader™-130.....131,5 нм; OptiReader™-258.....256,1 нм. Расширенная неопределенность измерений толщины покрытий меры при $P = 0,95, k = 2$: OptiReader™-27.....1,2 нм; OptiReader™-48.....1,2 нм; OptiReader™-81.....1,2 нм; OptiReader™-130.....1,2 нм; OptiReader™-258.....1,3 нм.
	Вспомогательные: Термогигрометр ИВА-6Н-Д; рег. № 46434-11, диапазон измерений температуры от минус 20 до плюс 60 °С; предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения температуры $\pm 0,3$ °С; диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98 %; предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения относительной влажности ± 3 %; диапазон измерения атмосферного давления от 300 до 1100 гПа; предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности измерения давления $\pm 2,5$ гПа.

2.2 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

2.3 Средства поверки должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на эллипсометры;

- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с Правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н;

3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации эллипсометров.

3.3 Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ. 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.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С (20 ± 5);
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа (100 ± 4)

4.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Расположить эллипсомер вдали отопительных устройств, осветительной аппаратуры и вибрирующих устройств.

5.2 Провести измерения параметров окружающей среды.

5.3 Проверить выполнение требований, указанных в п.4.

5.4 Выдержать эллипсомер и оборудование, используемое при поверке, в условиях, указанных в п.4, не менее 2 часов.

5.5 Подключить эллипсомер к сети.

5.6 Включить эллипсомер нажатием и удержанием кнопки питания на его лицевой панели.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие эллипсометра следующим требованиям:

- отсутствие механических повреждений на корпусе и дисплее эллипсометра;
- чистота гнезд, разъемов и клемм;
- исправность соединительных кабелей.

6.1.2 Эллипсомер считается прошедшим операцию поверки, если на корпусе и дисплее отсутствуют механические повреждения, соединительные провода исправны.

6.2 Опробование и идентификация программного обеспечения

6.2.1 При опробовании эллипсометра должно быть установлено соответствие следующим требованиям:

- устройство приема и выдачи трубок должно быть исправно. Для этого необходимо вставить в разъем трубку из набора мер толщины покрытий цилиндрических. Если устройство приема и выдачи трубок исправно, то вокруг отверстия загорится светодиод (Рисунок 1). Если неисправно, то операция поверки прекращается, необходимо обратиться к сервисному специалисту производителя.

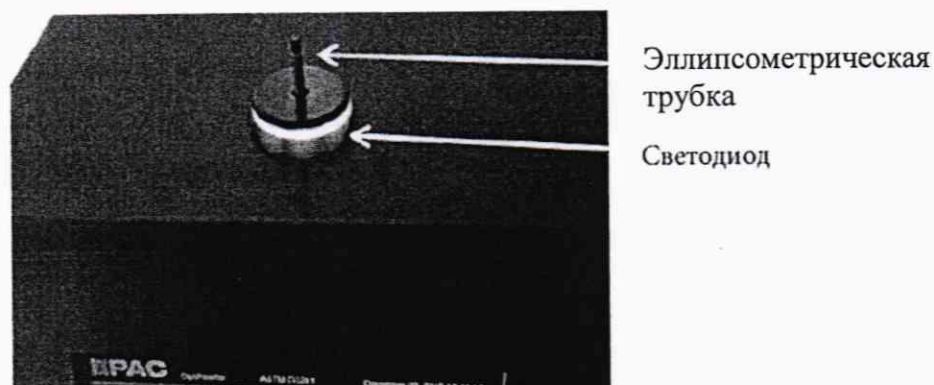


Рисунок 1 – Внешний вид гнезда для образцов с мерой

- кнопки управления должны быть исправны и иметь соответствующие надписи, указывающие их назначение.

6.2.2 Идентификация программного обеспечения

Перейти к главному окну программного обеспечения, нажав клавишу «Home». Затем на домашнем экране нажать клавишу «About», при этом вызывается диалоговое окно «System Information» с информацией об идентификационных данных установленного программного обеспечения.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OptiReader SW
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	3.9
Цифровой идентификатор ПО	-

6.2.3 Эллипсометр считается прошедшим операцию поверки, если:

- устройство приема и выдачи трубок исправно;
- кнопки управления исправны и имеют соответствующие надписи, указывающие их назначение;
- идентификационные данные программного обеспечения соответствуют таблице 3.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Проверка диапазона измерений толщины покрытий и определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений толщины покрытий

6.3.1.1 Нажать кнопку «Configure» внизу экрана. В меню «Configuration Center» (Рисунок 2) установить номинальные значения (Nominal Value) толщины контрольных трубок из набора мер толщины покрытий цилиндрических согласно действующему сертификату калибровки мер. Нажать кнопку «Save Changes» (Рисунок 3).

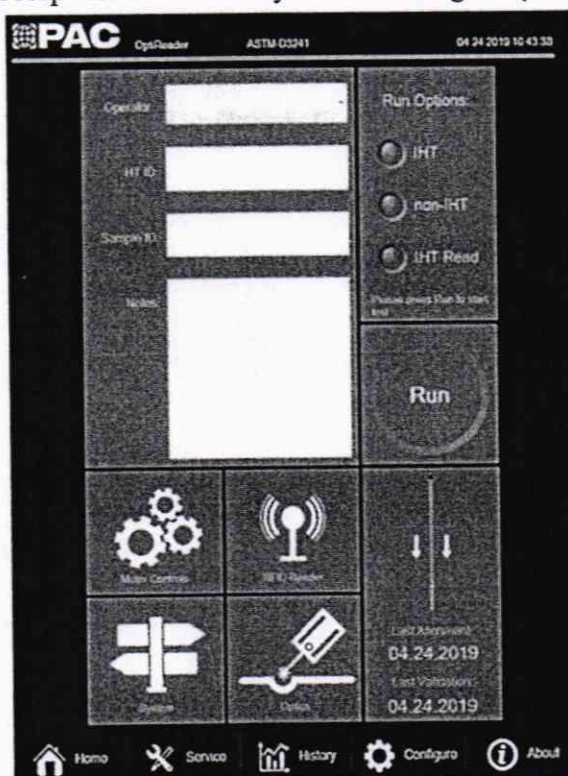


Рисунок 2 – Начальный главный экран

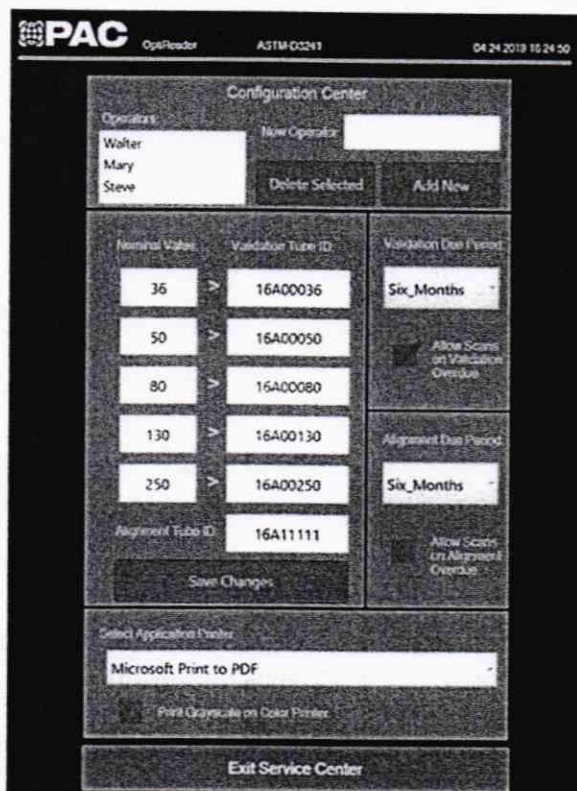


Рисунок 3 – Окно меню «Configuration Center»

6.3.1.2 Нажать кнопку «Service» внизу экрана. В меню «Service Center» (Рисунок 4) в разделе «Optics» нажать кнопку «Alignment verification» и выполнить юстировку эллипсометра в соответствии с пунктом 2.4 Руководства по эксплуатации.

П р и м е ч а н и е : для юстировки используется трубка без покрытия SiO₂ (Alignment Tube) из набора мер толщины покрытий цилиндрических OptiReader™. После выполнения юстировки эллипсометр не рекомендуется перемещать до завершения операции поверки.



Рисунок 4 – окно «Service Center»

6.3.1.3 В меню «Service Center» в разделе «Optics» нажать кнопку «Validation». Появится окно «Validation Center» (Рисунок 5.)

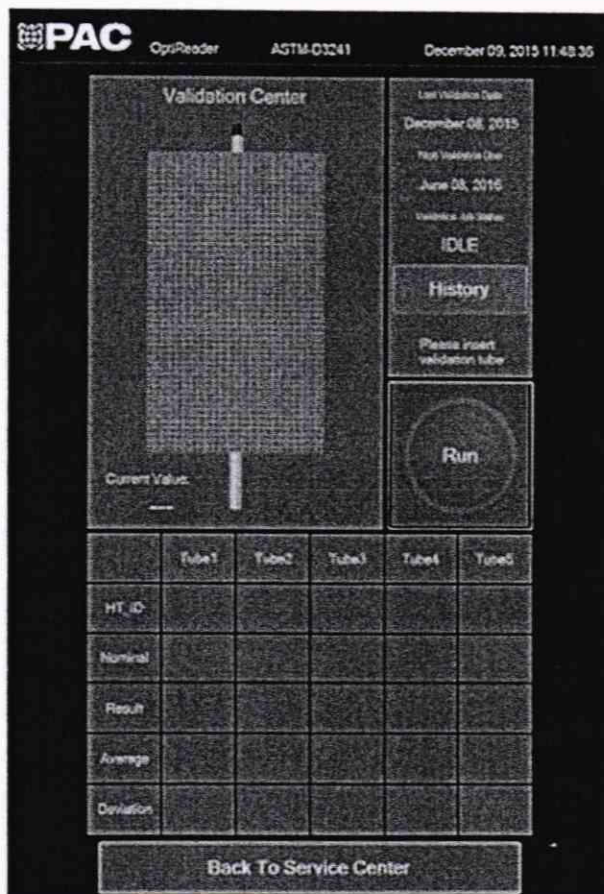


Рисунок 5 – Окно «Validation Center»

6.3.1.4 Установить трубку из набора мер толщины покрытий цилиндрических OptiReader™ в гнездо для образцов. Метка «ИТ» (черного цвета) должна быть сверху.

6.3.1.5 На экране «Validation Center» нажать кнопку «Run». Эллипсометр автоматически позиционирует трубку и начинает отображать ход процесса (Рисунок 6). Статистические данные обновляются в таблице при каждом измерении.

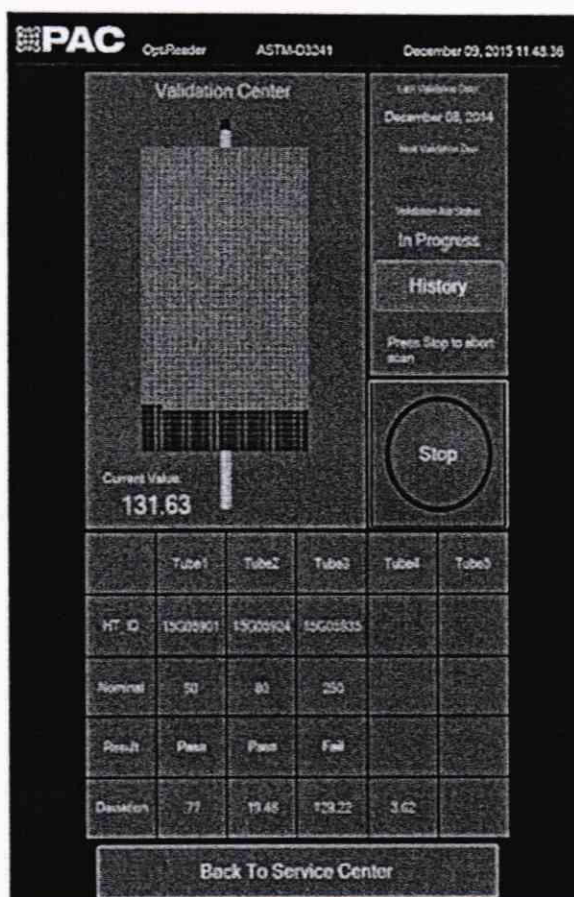


Рисунок 6 – Валидация трубки

6.3.1.6 Повторить пункт 6.3.1.4 – 6.3.1.5 для оставшихся четырех трубок.

6.3.1.7 На экране в таблице (Рисунок 7) для каждой трубки появятся следующие результаты измерений:

Nominal – номинальное значение толщины покрытия трубки;

Result – результат валидации (Pass – пройден; Fail – не пройден);

Average – среднее значение измеренной толщины меры;

Deviation – среднеквадратическое отклонение измерений толщины меры.

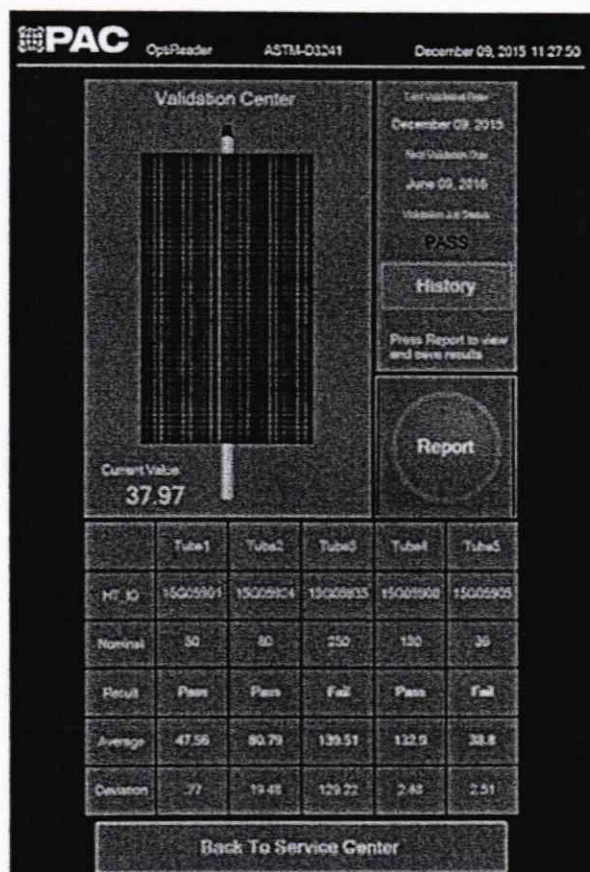


Рисунок 7 – Результат валидации трубок

6.3.1.8 За результат измерений принимается среднее значение толщины покрытий меры «Average».

6.3.1.9 Записать результаты измерений «Average» для каждой трубки в протокол (Приложение А).

4.8.3.8 Вычислить абсолютную погрешность результата измерения толщины покрытий по формуле (1):

$$\Delta = \bar{x} - d, \quad (1)$$

где d - номинальная толщина покрытий меры, указанная в действующем сертификате калибровки или свидетельстве о поверке, нм;

4.8.3.9 Эллипсометр считается прошедшим операцию поверки, если диапазон измерения толщины покрытий составляет от 4 до 300 нм, а абсолютная погрешность измерения толщины покрытий не превышает ± 2 нм в диапазоне от 4 до 30 нм; ± 4 нм в диапазоне свыше 30 нм до 300 нм.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки (форма протокола приведена в Приложении А настоящей методики поверки).

7.2 При положительных результатах поверки эллипсометр признается годным и допускается к применению.

7.2.1 Результаты поверки оформляются свидетельством о поверке; наносится знак поверки в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

7.2.2 Знак поверки наносится на корпус эллипсометра.

7.3 Эллипсометр, прошедший поверку с отрицательным результатом, признается непригодным, не допускается к применению. На него выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Начальник отдела
ФГУП «ВНИИОФИ»




В.Л. Минаев

Начальник лаборатории
ФГУП «ВНИИОФИ»



Г.Н. Вишняков

Инженер
ФГУП «ВНИИОФИ»



В.И. Таукчи

ПРИЛОЖЕНИЕ А

к Методике поверки МП 059.М44-19
«ГСИ. Эллипсометры спектральные OptiReader™. Методика поверки»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от « ____ » _____ 20__ года

Средство измерений: «Эллипсометр спектральный OptiReader™»
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входят несколько автономных блоков)

Заводской № _____ №/№ _____
Заводские номера блоков

№/№ _____
 Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН, КПП

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 059.М44-19 «ГСИ. Эллипсометры спектральные OptiReader™. Методика поверки», утверждённой ФГУП «ВНИИОФИ»
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов: _____
(наименование, заводской №, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов _____

Температура °С _____

Влажность % _____

Давление кПа _____
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Внешний осмотр: _____

Опробование: _____

Версия ПО: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик: _____

Проверка диапазона измерений толщины покрытий, нм _____

Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений толщины покрытий, нм

Действительное среднее значение толщины покрытий

Наименование меры	27, зав.№ 18F12326	48, зав.№ 18F12376	81, зав.№ 18A27825	130, зав.№ 18F12364	258, зав.№ 18F12403
Номинальные значения толщины покрытия, нм					
Среднее измеренное значение толщины покрытия, нм					
Допускаемая абсолютная погрешность измерений					

Наименование меры	27, зав.№ 18F12326	48, зав.№ 18F12376	81, зав.№ 18A27825	130, зав.№ 18F12364	258, зав.№ 18F12403
толщины покрытия, нм					

Рекомендации:

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители

Подписи, Ф.И.О., должность