



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

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»

 Д.М. Михайлюк



« 29 » 09 2020 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Микроскопы электронные просвечивающие
Talos F200**

**Методика поверки
МП ДИ20/30-2020**

г. Москва
2020 г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на микроскопы электронные просвечивающие Talos F200 фирмы Thermo Fisher Scientific, США (далее – микроскопы), предназначенные для измерений линейных размеров элементов микро- и наноструктур тонкопленочных образцов, микро- и наночастиц на пленке-подложке, определения их элементного состава методом энергодисперсионной спектроскопии, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Настоящая методика разработана в соответствии с РМГ 51-2002 «Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения».

Интервал между поверками – 1 год.

2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			В процессе эксплуатации	После ремонта
1	Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения.	7.1	да	да
2	Проверка работоспособности микроскопа	7.2	да	да
3	Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров	7.3.1	да	да
4	Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии $K\alpha$ марганца	7.3.2	да	да

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

Обозначение образца в данной методике 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	Номер пункта по методике поверки
ПО-1	Стандартный образец параметров шаговой структуры в тонком слое монокристаллического кремния ГСО 10030-2011	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности для шага и межплоскостного расстояния d_{111} соответственно ± 1 нм и $\pm 0,0005$ нм	8.2 8.3
ПО-2	Стандартный образец состава марганца металлического типа Mn95 (Ф5) ГСО 1095-90П	Массовая доля марганца составляет от 95 до 96,5 %.	8.4

3.2 Допускается использование других средств поверки, по характеристикам не уступающим указанным.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

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 микроскопа электронного просвечивающего.

6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температур окружающей среды, °С.....от 18 до 22
- относительная влажность воздуха, %, не более.....80
- атмосферное давление, кПа.....от 84 до 107
- напряжение питания от однофазной сети переменного тока частотой (50±1) Гц, В.....от 110 до 240

6.2 Подготовку микроскопа к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.3 Перед проведением поверки микроскоп должен быть полностью включен в соответствии с руководством по эксплуатации и выдержан во включенном состоянии при ускоряющем напряжении 200 кВ не менее 24 часов.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения.

7.1.1 При проведении внешнего осмотра и проверке комплектности должно быть установлено соответствие микроскопа следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, порядковый 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.

7.1.2 Результаты внешнего осмотра и проверку комплектности микроскопа считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1.1.

7.1.3 Для идентификации программного обеспечения (ПО) микроскопа необходимо:

- запустить рабочую программу микроскопа согласно руководству по эксплуатации;
- активировать подменю «Help» и далее подменю «About Talos»;
- считать идентификационное наименование и номер версии ПО.

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

Идентификационное наименование ПО	TEM user interface
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.15.1

7.2 Проверка работоспособности микроскопа

7.2.1 В соответствии с инструкцией по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и микроскопом.

7.2.2 Используя двунаклонный держатель образцов, установить в микроскоп поверочный образец ПО-1 и получить электронно-микроскопическое изображение.

7.2.3 Убедиться в возможности переключения ускоряющих напряжений и увеличений.

7.2.4 Микроскоп считается годным к поверке, если результаты проверок по пп. 7.2.1 – 7.2.3 положительные.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров

7.3.1.1 При ускоряющем напряжении 200 кВ получить изображение двух соседних выступов поверочного образца ПО-1 (ориентировочное увеличение порядка 10000 крат).

7.3.1.2 В соответствии с инструкцией по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения. Запомнить полученное изображение.

7.3.1.3 В соответствии с описанием программы произвести 10 измерений значений шага t_i (номинальным значением 2 мкм) между эквивалентными точками двух соседних выступов.

7.3.1.4 Вычислить измеренное среднее значение шага шаговой структуры поверочного образца ПО-1 по формуле:

$$T = \frac{\sum_{i=1}^{10} t_i}{10} \quad (1)$$

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.

7.3.1.5 При ускоряющем напряжении 200 кВ получить изображение 5-ти выступов поверочного образца ПО-1 (ориентировочное увеличение порядка 2000 крат). Запомнить полученное изображение.

7.3.1.6 В соответствии с описанием программы произвести 10 измерений значений суммы всех шагов \hat{t}_i между эквивалентными точками 1-го и 5-го выступов (где i – номер измерения).

7.3.1.7 Вычислить измеренное среднее значение суммы всех шагов шаговой структуры поверочного образца ПО-1 по формуле:

$$\hat{T} = \frac{\sum_{i=1}^{10} \hat{t}_i}{10} \quad (3)$$

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.

7.3.1.8 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.

7.3.1.9 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 10 измерений вычислить среднее значение \hat{T}_{50} параметра T_{50} .

7.3.1.10 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.

7.3.1.11 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 10 измерений вычислить среднее значение $\hat{T}_{(111)}$ параметра $T_{(111)}$.

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

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

7.3.1.13 Микроскоп считается прошедшим поверку по п.7.3.1, если выполнены условия:

$$|\Delta_1| \leq 0,4 + 0,03T \quad (7)$$

$$|\Delta_2| \leq 0,4 + 0,03\hat{T} \quad (8)$$

$$|\Delta_3| \leq 0,4 + 0,03\hat{T}_{50} \quad (9)$$

$$|\Delta_4| \leq 0,4 + 0,03\hat{T}_{(111)} \quad (10)$$

При этом следует считать, что пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 200 кВ составляют $\pm(0,4+0,03 \cdot L)$ нм, где L – линейный размер, выраженный в нм, а диапазон измерений линейных размеров составляет от 0,0004 до 30 мкм.

7.3.2 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии Ка марганца

7.3.2.1 Используя держатель образцов – углеродную сеточку, установить в микроскоп поверочный образец ПО-2 (стандартный образец состава марганца металлического ГСО 1095-90П).

7.3.2.2 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.

7.3.2.3 На полученном рентгеновском спектре определить интенсивность в максимуме I_{\max} линии Ка марганца, а также среднее значение тормозного фона I_{ϕ} .

7.3.2.4 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

$$I_{1/2} = I_{\phi} + (I_{\max} - I_{\phi})/2$$

7.3.2.5 Энергетическое разрешение спектрометра на линии Ка марганца ΔE_{Mn} , эВ, вычисляют по формуле:

$$\Delta E_{Mn} = E_2 - E_1,$$

где значения E_1 и E_2 определяют по п.6.3.2.4 и выражают в эВ.

7.3.2.6 Микроскоп считается прошедшим поверку по п.7.3.2, если значение ΔE_{Mn} не более **136 эВ**.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки оформляются протоколом, который хранится в организации, проводившей поверку.

8.2 Микроскоп, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство о поверке установленной формы.

8.3 При отрицательных результатах поверки микроскоп запрещают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Начальник отдела АО «НИЦПВ»,
кандидат физ.-мат. наук



В.Б.Митюхляев