

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»




В.С.Иванов

«27» марта 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Система автоматизированная измерительная Пленка

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 017.М44-17

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»



С.Н. Негода
«27» марта 2016 г.

Москва
2017 г.

1 Введение

Настоящая методика распространяется на Систему автоматизированную измерительную Пленка заводской номер зав. № 0001 (далее по тексту – система), изготовленную Общество с ограниченной ответственностью «Автоматизированные системы контроля Экспресс» (ООО «АСК Экспресс»), предназначенную для измерения оптических характеристик (эллипсометрические углы Пси и Дельта) пленочных структур, а также для определения толщины прозрачных пленок и слабоабсорбирующих покрытий.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность выполнения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	8.4		
Определение диапазона измерений величины эллипсометрических углов Пси и Дельта	8.4.1	Да	Да
Расчет абсолютной погрешности измерений величины эллипсометрических углов Пси и Дельта	8.4.2	Да	Да

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

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

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.2	Калибровочная эллипсометрическая пластина из кремния «SENTECH Instruments GmbH» серийный номер 023/7
8.4.1 - 8.4.2	Государственный рабочий эталон 2-го разряда единиц эллипсометрических углов в диапазоне от 0 до 360° по углу Дельта и от 0 до 90° по углу Пси согласно ГОСТ 8.605-2011 Значения эллипсометрических углов на длине волны 632,8 нм: Пси = 11, 60; 29, 40 град. Дельта = 149,52; 274,96 град Расширенная неопределенность измерений эллипсометрических углов Пси – 0,05 град. Дельта – 0,08 град.

3.2 Средства поверки должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемой системы с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 Система должна устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных приточной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. 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 (ПОТЭУ). Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

4.2 Система электрического питания прибора должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов. Чтобы избежать физических повреждений и/или ущерба имуществу, поставляемый шнур питания системы оборудован плавким предохранителем. Подключайте штепсель этого шнура только к заземленной электро-розетке.

4.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства пользователя системы.

4.4 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.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации системы, имеющих 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 и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение по требуемому виду измерений.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от плюс 20,0 до плюс 24,0
- относительная влажность воздуха, не более % 80

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим, свободным от пыли, паров кислот и щелочей. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 2 °С. В помещении не должно быть интенсивных воздушных потоков.

7 Подготовка к поверке

7.1 Расположить систему вдали от окон, отопительных устройств и осветительной аппаратуры.

7.2 Изучить Руководство по эксплуатации системы, подготовить оборудование, используемое при поверке, к работе в соответствии с его Руководством по эксплуатации.

7.3 Выдержать систему и используемое при поверке оборудование в условиях, указанных в п. 6.1 настоящей Методики поверки не менее 1 часа.

7.4 Включить систему согласно Руководству по эксплуатации.

7.5 Запустить программное обеспечение для работы с системой согласно Руководству по эксплуатации.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть проверено:

- отсутствие механических повреждений на металлических деталях системы;
- комплектность системы должна соответствовать комплектности в Руководстве по эксплуатации;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистота гнезд, разъемов и клемм;
- состояние соединительных кабелей;
- состояние и четкость маркировок.

8.1.2 Система считается прошедшей операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены.

8.2 Опробование

8.2.1 Включить систему и запустить программное обеспечение для работы с системой для чего необходимо дважды щёлкнуть на иконке ПО на рабочем столе компьютера.

После ввода логина и пароля откроется главное окно программы.

8.2.2 Для опробования осуществляется измерение толщин оксидного слоя и эллипсометрических углов Пси и Дельта на калибровочной эллипсометрической пластине из кремния.

8.2.3 Поместите образец на предметный столик и проведите его центровку. Во вкладке Recipe option в разделе Measurement options выберите необходимые параметры измерений (Пси, дельта и толщина) и активируйте процесс измерения, нажав на кнопку «Measure» (Измерить).

8.2.4 Система считается прошедшей операцию поверки, если прибор поддается всем регулировкам, а толщина оксидной пленки и эллипсометрические углы Пси и Дельта

калибровочной пластины не превышают $\pm 0,1$ мкм и $\pm 0,1$ град. соответственно данные из сертификата калибровки на пластину.

8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на систему.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных системы необходимо в главном окне программы зайти во вкладку Help и затем нажать на раздел About. После этого в главном окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения.

8.3.3 Система считается прошедшей операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	CE400AДВ
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.13 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	F310A520

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона измерений величины эллипсометрических углов Пси и Дельта

8.4.1.1 Государственный рабочий эталон 2-го разряда эллипсометрических углов в диапазоне от 0 до 90° по углу Пси и от 0 до 360° по углу Дельта необходимо предварительно подготовить к проведению измерений: промыть этиловым спиртом, бидистиллированной деионизированной водой, высушить азотом, оставить на 20-30 минут в климатических условиях проведения испытания.

8.4.1.2 Подготовленную эталонную эллипсометрическую пластину L118WSW-100, №1108-4ECS из состава Государственного рабочего эталона 2-го разряда эллипсометрических углов в диапазоне от 0 до 90° по углу Пси и от 0 до 360° по углу Дельта помещают на предметный столик системы. Выполняется измерение эллипсометрических углов Пси и Дельта согласно п.8.2.

8.4.1.3 Смещая эталонную эллипсометрическую пластину на рабочем столе относительно начального положения на 1-3 мм в разные стороны, провести пять измерений эллипсометрических углов Пси и Дельта при фиксированных длине волны (362,8 нм) и угле падения луча (70,47°).

8.4.1.4 Определить среднее арифметическое отклонение \bar{c} из измеренных значений c_i по формуле (1):

$$\bar{c} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k c_i, \quad (1)$$

где $i = 1, 2, \dots, k$ – номер измерения, k – количество измерений. Величина \bar{c} принимается за результат измерения.

8.4.1.5 Повторить операции 8.4.1.2 – 8.4.1.4 для второй эталонной эллипсометрической пластины L118WSW-2000, №1108-21ECS из Государственного рабочего эталона 2-го разряда эллипсометрических углов.

8.4.1.6 Система считается прошедшей операцию поверки, если полученные результаты находятся в диапазоне величин от 0 до 90° по углу Пси и от 0 до 360° по углу Дельта.

8.4.2 Расчет абсолютной погрешности измерений величины эллипсометрических углов Пси и Дельта

8.4.2.1 Вычислить среднее квадратическое отклонение результата измерения эллипсометрических углов по формуле (2):

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k (c_i - \bar{c})^2}{k(k-1)}}, \quad (2)$$

8.4.2.2 Вычислить доверительные границы случайной погрешности по формуле (3):

$$\varepsilon = 2.776 \cdot \sigma, \quad (3)$$

8.4.2.3 Вычислить значение границы неисключенной систематической погрешности системы по формуле (4):

$$\theta_1 = |c_0 - \bar{c}|, \quad (4)$$

где c_0 – значение измеряемого параметра, указанное в свидетельстве о поверке (калибровке) эталонных эллипсометрической пластинки L118WSW-100, №1108-4ECS из состава Государственного рабочего эталона 2-го разряда единицы эллипсометрических углов в диапазоне от 0 до 90° по углу Пси и от 0 до 360° по углу Дельта (регистрационный номер 3.1.ZZA.0033.2015).

8.4.2.4 Вычислить значение границы неисключенной систематической погрешности результата измерения меры по формуле (5):

$$\theta = 1,1 \cdot \sqrt{\theta_1^2 + \theta_2^2}, \quad (5)$$

где θ_1 – неисключенная систематическая погрешность системы, θ_2 – неисключенная систематическая погрешность меры, приведенная в свидетельстве о поверке (калибровке).

8.4.2.5 Вычислить пределы допускаемой абсолютной погрешности системы. В случае если $\frac{\theta}{\sigma} < 0,8$, то неисключенными систематическими погрешностями по сравнению со случайными можно пренебречь. Тогда пределы допускаемой абсолютной погрешности равны:

$$\Delta = \pm \varepsilon. \quad (6)$$

Если $\frac{\theta}{\sigma} > 8$, то случайной погрешностью по сравнению с систематической можно пренебречь. Тогда пределы допускаемой абсолютной погрешности равны:

$$\Delta = \pm \theta. \quad (7)$$

Если $0.8 \leq \frac{\theta}{\sigma} \leq 8$, то пределы допускаемой абсолютной погрешности меры равны:

$$\Delta = \pm KS_{\Sigma}, \quad (8)$$

где

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{\theta_1^2}{3} + \frac{\theta_2^2}{3} + \sigma^2}, \quad (9)$$

$$K = \frac{\varepsilon + \theta}{\sigma^2 + \sqrt{\frac{\theta_1^2}{3} + \frac{\theta_2^2}{3}}}. \quad (10)$$

8.4.2.6 Система считается прошедшей операцию поверки, если пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений эллипсометрических углов Пси и Дельта не превышают $\pm 0,1^\circ$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносятся в протокол (форма протокола приведена в приложении 1 настоящей методики поверки).

9.2 Систему, прошедшую поверку с положительным результатом, признают годной и допускают к применению. На нее выдаётся свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.2 фактических значений метрологических характеристик системы и наносят знак поверки (место нанесения указано в описании типа) согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и анализаторы допускают к эксплуатации.

9.3 Систему, прошедшую поверку с отрицательным результатом, признают непригодной, не допускают к применению и на нее выдается извещение о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и знак поверки аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник лаборатории ФГУП «ВНИИОФИ»



В.Л. Минаев

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
к Методике поверки
«Система автоматизированная измерительная Пленка»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от «_____» _____ **201** года
Средство измерений: Система автоматизированная измерительная Пленка
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ 0001 №/№ _____
Заводские номера блоков

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой «Система автоматизированная измерительная Пленка. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» «27» марта 2017
Г. _____
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- | | |
|--|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 20 до 24 |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 80 |

Опробование:

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Диапазон измерения величины эллипсометрических углов, градус: -Пси -Дельта		от 0 до 90 от 0 до 360
Абсолютная погрешность измерения величин эллипсометрических углов, градус: -Пси -Дельта		±0,1

Рекомендации _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность