

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» (ФГУП УНИИМ))  
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



УТВЕРЖДАЮ  
Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

2017 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**МИКРОСКОП ЭЛЕКТРОННЫЙ СКАНИРУЮЩИЙ  
INSPECT S50**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 78-223-2015**

Екатеринбург  
2016

Предисловие

**1 РАЗРАБОТАНА**

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

**2 ИСПОЛНИТЕЛИ**

Терентьев Г.И., Ким Н.А.

**3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ**

Лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

**4 УТВЕРЖДЕНА**

ФГУП «УНИИМ»

2017 г.

**5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА**

ФГУП «УНИИМ»

2015 г.

**6 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ**

## Содержание

|   |   |
|---|---|
| 1 Область применения.....                                   | 1 |
| 2 Нормативные ссылки .....                                  | 1 |
| 3 Операции поверки .....                                    | 1 |
| 4 Средства поверки.....                                     | 2 |
| 5 Требования безопасности .....                             | 2 |
| 6 Требования квалификации поверителей.....                  | 2 |
| 7 Условия поверки и подготовка к ней.....                   | 3 |
| 8 Проведение поверки .....                                  | 3 |
| 9 Оформление результатов поверки .....                      | 7 |
| Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки ..... | 8 |

---

**Государственная система обеспечения единства измерений**  
**МИКРОСКОП СКАНИРУЮЩИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ INSPECT S50**  
**Методика поверки**

---

Дата введения 2017-

### **1 Область применения**

Настоящая методика поверки распространяется на микроскоп электронный сканирующий Inspect S50 (далее – микроскоп Inspect S50), производства «FEI Company», Чешская Республика, предназначенный для измерений линейных размеров, формы, ориентации и других параметров наноструктур и микрорельефа поверхностей различных объектов.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок микроскопа Inspect S50, зав. № 9923756.

Интервал между поверками – один год.

### **2 Нормативные ссылки**

В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования  
ГОСТ 12.3.019-80 Испытания и измерения электрические. Общие требования

безопасности

ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

РД 153-34.0-03.150-00 ПОТ Р М-016-2001 «Межотраслевые правила по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга России от 02 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

### **3 Операции поверки**

3.1 При проведении поверки микроскопа Inspect S50 выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой из операций, указанных в таблице 1, поверку прекращают и признают поверяемый микроскоп Inspect S50 несоответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

| Наименование операции  | Номер пункта НД по поверке | Проведение операции при |                       |
|--|----------------------------|-------------------------|-----------------------|
|  |                            | первичной поверке       | периодической поверке |
| Внешний осмотр   | 8.1                        | Да                      | Да                    |
| Опробование  | 8.2                        | Да                      | Да                    |
| Проверка метрологических характеристик                         | 8.3                        | Да                      | Да                    |
| Проверка разрешения  | 8.3.1                      | Да                      | Нет                   |
| Проверка относительной погрешности измерений линейных размеров | 8.3.2                      | Да                      | Да                    |
| Подтверждение диапазона измерений линейных размеров            | 8.3.3                      | Да                      | Нет                   |

#### 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки микроскопа Inspect S50 применяют следующие эталоны и средства измерений:

4.1.1 Государственный эталон единицы длины 4-го разряда в диапазоне от 1 до  $2 \cdot 10^3$  нм № 3.1.ZZC.0123.2013, диапазон измерений (1 -  $2 \cdot 10^3$ ) нм, ПГ  $\pm(2-3)$  нм (мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К, рег. № 33598-06).

4.1.2 Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, диапазон измерений относительной влажности (0-98) %, ПГ  $\pm 2$  %; диапазон измерений температуры (0-60) °С, ПГ  $\pm 0,3$  °С; диапазон измерений атмосферного давления (70-110) кПа, ПГ  $\pm 0,25$  кПа.

**П р и м е ч а н и е** – Допускается применять другие, вновь разработанные или находящиеся в применении средства поверки с метрологическими характеристиками, удовлетворяющими по точности требованиям настоящей методики, и имеющие метрологическое подтверждение пригодности к применению в соответствии с действующим законодательством.

#### 5 Требования безопасности

При проведении поверки микроскопа Inspect S50 соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019-80, требования Приказа Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н, а также указания, изложенные в «Руководстве по эксплуатации» микроскопа Inspect S50.

#### 6 Требования к квалификации поверителей

К поверке микроскопа Inspect S50 допускаются специалисты, имеющие высшее образование, профессиональную подготовку, опыт работы с электронными сканирующими микроскопами, вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), изучившие «Руководство по эксплуатации» микроскопа Inspect S50 и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений в области измерений геометрических величин и измерений физико-химического состава и свойств веществ.

#### 7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 Поверку микроскопа Inspect S50 согласно ГОСТ 8.395 проводят при следующих условиях:

- температура окружающей среды, °С 20±5;
- относительная влажность воздуха, %, не более от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

7.2 Перед проведением поверки проверяют наличие эксплуатационной документации на микроскоп Inspect S50 («Руководство по эксплуатации»), проводят подготовку поверяемого микроскопа Inspect S50 в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре поверяемого микроскопа Inspect S50 устанавливают:

- соответствие комплектности (без запасных частей) и внешнего вида требованиям «Руководства по эксплуатации»;
- отсутствие механических повреждений всех составных частей микроскопа, соединительных кабелей и сетевых разъемов;
- наличие маркировки и четких надписей на основных блоках микроскопа;
- исправность органов управления микроскопа.

При обнаружении какого-либо несоответствия поверку не проводят.

### 8.2 Опробование

Процедура опробования включает в себя проверку работоспособности (п. 8.2.1) и проверку идентификационных данных программного обеспечения (п. 8.2.2) поверяемого микроскопа Inspect S50.

8.2.1 Включают микроскопа Inspect S50 как указано в «Руководстве по эксплуатации». Проверяют, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на мониторе серверного (управляющего) компьютера микроскопа Inspect S50. Выбор необходимого режима, а также выполнение команд, производят в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

8.2.2 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения поверяемого микроскопа Inspect S50.

Проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) проводят при включении поверяемого микроскопа Inspect S50 в соответствии с «Руководством по эксплуатации» путем запуска программы *xTm* с рабочего стола управляющего (серверного) компьютера при помощи ярлыков модулей интерфейса программы *xTm* (*xT Microscope server / xT Microscope Control / FEI User Management*) и вывода на монитор управляющего компьютера микроскопа Inspect S50 идентификационного наименования и номера версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО, наименование модулей интерфейса ПО и наименование первичного файла серверной части основного модуля интерфейса ПО поверяемого микроскопа Inspect S50 должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2.

Цифровой идентификатор ПО (контрольную сумму исполняемого кода) поверяемого микроскопа Inspect S50 проверяют с помощью стороннего ПО – программы MD5 (программа находится в свободном доступе на сайте <http://freesoftware.ru>). Для этого первичный файл серверной части *feisystemcontrol.exe* основного модуля интерфейса ПО *xT Microscope Server* программы *xTm* открывают через окно «Обзор» программы MD5. Вычисленный цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Идентификационные данные ПО микроскопа Inspect S50

| Идентификационные данные (признаки)                                   | Значение   |
|---|--|
| Идентификационное наименование ПО                                     | xTm  |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО                             | 4.1.13.2167  |
| Цифровой идентификатор ПО   | e3766bf9f9c518030476c1d502d904cd                                   |
| Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО                       | MD5  |
| Первичный файл серверной части основного модуля интерфейса ПО         | feisystemcontrol.exe   |
| Идентификационное наименование основного модуля интерфейса ПО         | xT Microscope Server   |
| Идентификационное наименование модуля пользовательского интерфейса ПО | xT Microscope Control (xTUI)                                       |
| Идентификационные наименования элементов (модулей) интерфейса ПО      | xT Microscope Server / xT Microscope Control / FEI User Management |

### 8.3 Проверка метрологических характеристик

#### 8.3.1 Проверка разрешения

Проверку разрешения проводят с использованием детектора вторичных электронов поверяемого микроскопа Inspect S50. В камеру для образцов микроскопа Inspect S50 устанавливают рельефную меру нанометрового диапазона МШПС-2.0К, указанную в 4.1.1. В соответствии с «Руководством по эксплуатации» микроскопа Inspect S50 устанавливают максимальную резкость объекта и определяют предельное разрешение объекта по изображению на мониторе управляющего компьютера микроскопа Inspect S50 с использованием программного обеспечения микроскопа Inspect S50 при следующих условиях:

- увеличение – 50 000X;
- ускоряющее напряжение – 30 кВ.

Считают, что микроскоп Inspect S50 выдержал проверку по 8.3.1, если определенное с помощью программного обеспечения микроскопа значение предельного разрешения не хуже 3 нм.

#### 8.3.2 Проверка относительной погрешности измерений линейных размеров

Проверку относительной погрешности измерений линейных размеров и ее составляющих проводят с использованием Государственного эталона единицы длины 4-го разряда в диапазоне от 1 до  $2 \cdot 10^3$  нм № 3.1.ZZC.0123.2013 (меры ширины и периода специальной МШПС-2.0К, регистрационный № 33598-06), указанного в таблице 4.1.1.

Специальная мера МШПС-2.0К представляет совокупность пяти одинаковых групп рельефных шаговых структур на поверхности квадратной кремниевой монокристаллической пластины со стороной не более 10 мм, поверхность которой ориентирована параллельно кристаллографической плоскости, по три структуры в каждой группе. Геометрическая форма элемента рельефа шаговой структуры – трапеция. Сечение выступа шаговой структуры с обозначениями параметров (характеристик) меры показано на рисунке 1.

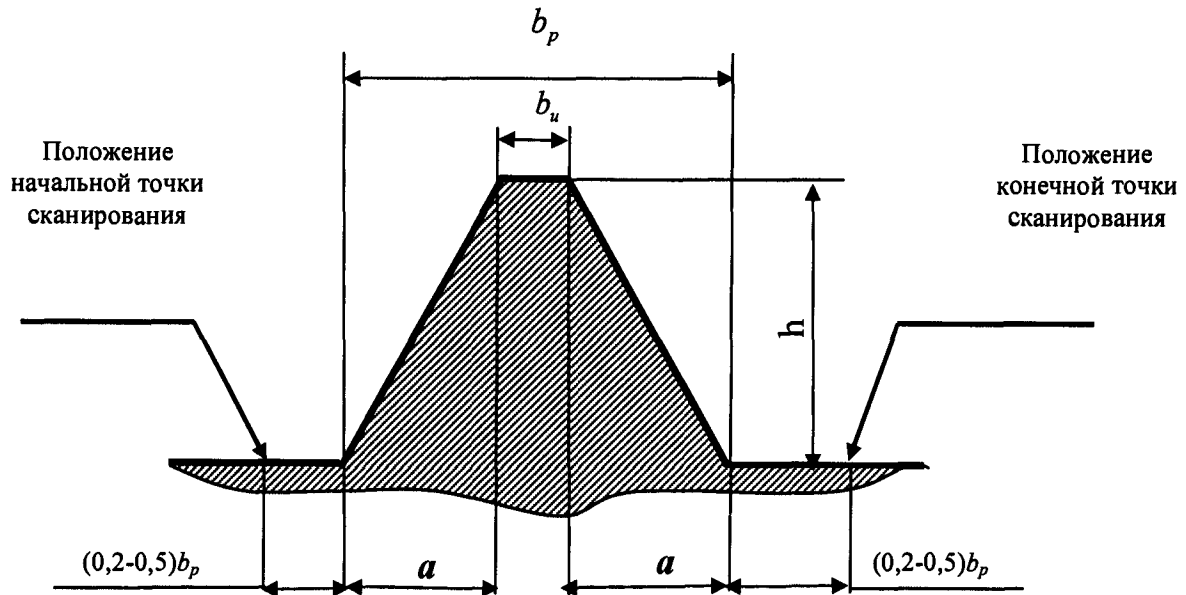


Рисунок 1 – Сечение выступа шаговой структуры с обозначениями параметров  $b_u$  – ширина верхнего основания выступа шаговой структуры;  $h$  – высота выступа шаговой структуры;  $a$  – ширина проекции боковой стенки выступа шаговой структуры на плоскость нижнего основания выступов шаговой структуры;  $b_p$  – ширина нижнего основания выступа шаговой структуры.

В камеру для образцов микроскопа Inspect S50 устанавливают меру МШПС-2.0К и в соответствии с «Руководством по эксплуатации» с использованием программного обеспечения микроскопа Inspect S50 выполняют пятикратные измерения ( $n=5$ ) следующих метрологических характеристик меры МШПС-2.0К, установленных для ее центрального модуля, фрагмент I-I, вдоль горизонтальной линии ориентирования:

- значение шага структуры, нм;
- значение ширины верхнего основания выступа шаговой структуры, нм;
- значение ширины нижнего основания выступа шаговой структуры, нм;
- значение ширины проекции боковой стенки выступа на плоскость нижнего основания выступа шаговой структуры, нм.

**Примечание** – Поскольку программное обеспечение микроскопа Inspect S50 не позволяет получение 3D изображения и выполнение измерений линейных размеров по оси Z, высоту выступа шаговой структуры меры МШПС-2 при проверке не определяют.

Для проверки относительной погрешности измерений линейных размеров оценивают случайную и систематическую составляющие относительной погрешности измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К.

Вычисляют среднее арифметическое значение для каждой определяемой метрологической характеристики (линейного размера) меры МШПС-2.0К по формуле

$$\bar{N}_i = \frac{\sum_{j=1}^n N_{ij}}{n}, \quad (8.1)$$

где  $N_{ij}$  - результат  $j$ -го измерения  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К, нм.

По результатам  $n$  измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К по формуле



$$S_i = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{j=1}^n (N_{ij} - \bar{N}_i)^2}. \quad (8.2)$$

За оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К принимают относительное СКО случайной составляющей погрешности  $-S_{rij}$ , определяемое по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{N_i} \cdot 100\%. \quad (8.3)$$

Для оценки систематической составляющей относительной погрешности измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К вычисляют модули разности между  $j$ -ым измеренным значением  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К  $- N_{ij}$ , и его значением, приведенным в свидетельстве о поверке меры МШПС-2.0К  $- N_{oi}$ :

$$\Delta_{Cij} = |N_{ij} - N_{oi}|. \quad (8.4)$$

По полученным разностям определяют среднее значение

$$\bar{\Delta}_{Ci} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \Delta_{Cij}. \quad (8.5)$$

За оценку систематической составляющей абсолютной погрешности измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К с учетом погрешности определения установленного значения  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К  $- \Delta_{mi}$ , принимают значение, рассчитываемое по формуле

$$\Delta_{Ci} = \pm (|\bar{\Delta}_{Ci}| + |\Delta_{mi}|). \quad (8.6)$$

Оценку систематической составляющей относительной погрешности измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К определяют по формуле

$$\delta_{Ci} = \frac{\Delta_{Ci}}{N_i} \cdot 100\%. \quad (8.9)$$

Проверку относительной погрешности измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736-2011.

Относительную погрешность измерений  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К вычисляют по формуле

$$\delta_i = \pm K_i \cdot S_{\Sigma i}, \quad (8.10)$$

где  $k_i$  – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

$S_{\Sigma i}$  – оценка суммарного СКО результата измерения.

Суммарное среднее квадратическое отклонение  $S_{\Sigma i}$  оценки измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma i} = \sqrt{(S_{ri})^2 + \frac{\delta_{Ci}^2}{3}} \quad (8.11)$$

Коэффициент  $k_i$  вычисляют по формуле

$$k_i = \frac{t \cdot S_{ri} + \delta_{Ci}}{S_{ri} + \sqrt{\frac{\delta_{Ci}^2}{3}}}, \quad (8.12)$$

где  $t$  – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности  $P = 0,95$  в зависимости от числа измерений  $n$  находят по таблице, приведенной в ГОСТ Р 8.736-2011, ( $t(n=5; P=0,95)=2,776$ ).

Считают, микроскоп Inspect S50 выдержал поверку по 8.3.2, если полученные значения относительной погрешности измерений каждого  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2.0К не превышают допусковых пределов, нормированных в технической документации на микроскоп Inspect S50 (находятся в интервале  $\pm 3\%$ ).

### 8.3.3 Подтверждение диапазона измерений линейных размеров

Подтверждение диапазона измерений линейных размеров проводят в ходе проведения первичной поверки по 8.3.2, используя специальную меру ширины и периода МШПС-2.0К, указанную в 4.1.1 и предназначенную для передачи единицы длины в диапазоне от 1 до  $2 \cdot 10^3$  нм. Устанавливают факт измерения каждого установленного  $i$ -го линейного размера меры МШПС-2 в пределах нормированных значений погрешности измерений линейных размеров по 8.3.2.

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. № 1815.

Знак поверки в виде клейма наносят на свидетельство о поверке.

9.3 В случае отрицательных результатов поверки, микроскоп Inspect S50 признают несоответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин непригодности.

Ведущий научный сотрудник ФГУП «УНИИМ»

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»



Г.И. Терентьев



Н.А. Ким

**ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_  
от « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Наименование и тип СИ \_\_\_\_\_  
Принадлежит \_\_\_\_\_  
Зав. №, дата выпуска \_\_\_\_\_  
Изготовитель \_\_\_\_\_  
Средства поверки \_\_\_\_\_

Проверка проведена в соответствии с документом МП 78-223-2015 «ГСИ. ГСИ. Микроскоп сканирующий электронный. Методика поверки».

## Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность воздуха, %

**РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

А.1 Внешний осмотр \_\_\_\_\_  
Проверка по 8.1 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.2 Опробование \_\_\_\_\_  
Идентификационное наименование и номер версии ПО, наименование модулей интерфейса ПО, наименование основного модуля пользовательского интерфейса ПО и цифровой идентификатор ПО микроскопа Inspect S50 соответствуют (не соответствуют) заявленным.

Проверка по 8.2 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным) результатом.

## А.3 Проверка метрологических характеристик

А.3.1 Проверка разрешения  
Спектральное разрешение \_\_\_\_\_ нм.

Проверка по 8.3.1 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным) результатом.

## А.3.2 Проверка относительной погрешности измерений линейных размеров

Результаты измерений *i*-го линейного размера меры МШПС-2.0К и проверки относительной погрешности измерений линейных размеров в соответствии с 8.3.2 методики поверки, приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1

| Метрологическая характеристика меры МШПС-2.0К и ее установленное значение, нм                      | Результаты измерений i-го линейного размера меры МШПС-2.0, нм |   |   |   |     |
|--|---|---|---|---|-----|
|  | 1   | 2 | 3 | 4 | n=5 |
| Среднее значение i-го линейного размера, $\bar{N}_i$ , нм  |   |   |   |   |     |
| СКО результата измерений i-го линейного размера, $S_i$ , нм  |   |   |   |   |     |
| СКО случайной составляющей отн. погрешности измерений i-го линейного размера, $S_{ri}$ , %         |   |   |   |   |     |
| Систематическая составляющая абс. погрешности измерений i-го линейного размера, $\Delta_{Ci}$ , нм |   |   |   |   |     |
| Систематическая составляющая отн. погрешности измерений i-го линейного размера, $\delta_{Ci}$ , %  |   |   |   |   |     |
| Коэффициент $k_i$  |   |   |   |   |     |
| Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma i}$ , %   |   |   |   |   |     |
| Относительная погрешность результата измерений i-го линейного размера, $\delta_i$ , %              |   |   |   |   |     |
| Нормированное значение относительной погрешности измерений линейных размеров, %                    | ±3 %  |   |   |   |     |

Полученные значения относительной погрешности измерений линейных размеров не превышают (превышают) допускаемых пределов.

Проверка по 8.3.2 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

### А.3.3 Подтверждение диапазона измерений линейных размеров

Диапазон измерений линейных размеров соответствует (не соответствует) заявленному. Проверка по 8.3.3 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

Заключение:

Микроскоп Inspect S50 признан соответствующим (несоответствующим) установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодным (непригодным) к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_.  
Срок действия свидетельства до \_\_\_\_\_.

Поверитель \_\_\_\_\_

(подпись)

(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_.