

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель
генерального директора АО «НИЦПВ»

Д.М. Михайлюк



«18» марта 2019 г.

**Микроскопы электронные растровые настольные
Phenom Pure, Phenom Pro, Phenom ProX, Phenom Pharos, Phenom XL.**

Методика поверки

Москва
2019

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на микроскопы электронные растровые настольные Phenom модификаций Phenom Pure, Phenom Pro, Phenom ProX, Phenom Pharos, Phenom XL (далее – микроскопы) фирмы «Thermo Fisher Scientific», Нидерланды, предназначенные для измерений линейных размеров микрорельефа поверхности твердотельных структур и количественного морфологического анализа (все модификации), локального электронно-зондового элементного анализа (модификация PhenomProX) 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 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.3.019-80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности.

ГОСТ 9038-90 Меры длины концевые плоскопараллельные. Технические условия.

ГОСТ Р 8.628-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления.

ГОСТ Р 8.629-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона с трапецеидальным профилем элементов. Методика поверки.

ГОСТ 6008-90. Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия.

ГОСТ Р 8.736 – 2011. Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения.

3 Операции поверки

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

№ п/п	Наименование операций	Раздел	Обязательность проведения операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	2	3	4	5
1	Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения	8.1	да	да
2	Проверка работоспособности микроскопа	8.2	да	да
3	Определение диапазона и относительной погрешности измерений линейных размеров	8.3.1	да	да

4	Определение пространственного разрешения микроскопа	8.3.2	да	нет
5	Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии K α марганца (модификация микроскопа PhenomProX)	8.3.3	да	да

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяются средства поверки и вспомогательное оборудование, указанные в таблицах 2 и 3.

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	Мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К	Изготовленная по ГОСТ Р 8.628-2007 и поверенная по ГОСТ Р 8.629-2007 (Госреестр № 33598-06).	8.2 8.3
ПО-2	Мера длины концевая плоскопараллельная с номинальным значением 1 мм	Изготовленная по ГОСТ 9038-90, класс точности 3.	8.3
ПО-3	Чистый марганец	Стандартный образец состава марганца металлического типа Mn95 (Ф5) ГСО 1095-90П или марганец марки Mn998 или Mn 997 по ГОСТ 6008-90.	8.4

Таблица 3 – Вспомогательное оборудование, используемое при поверке

Обозначение вспомогательного оборудования в данной методике поверки	Наименование и тип вспомогательного оборудования;	Основные технические характеристики вспомогательного оборудования. Производитель	Номер пункта по методике поверки
ВО-1	Островковая пленка золота на углероде «Gold on Carbon SEM Resolution Test Specimen»	Средний размер островков островковой пленки не более 50 нм. Производитель – фирма SPI Supplies/Structure Probe, Inc., США P.O. Box 656, West Chester, PA 19381-0656, USA	8.2 8.3

4.2 Допускается использование других средств поверки и вспомогательного оборудования, по характеристикам не уступающим указанным.

5 Требования безопасности

При проведении поверки соблюдают требования ГОСТ 12.3.019-80.

6 Требования к квалификации оператора

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы с растровыми электронными микроскопами;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации микроскопа и методику его поверки.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- диапазон температур окружающей среды, °С от 18 до 22
- относительная влажность воздуха, %, не более.....80
- напряжение питания от однофазной сети переменного тока частотой (50/60) Гц, В..... от 110 до 240

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

7.3 Перед проведением поверки микроскоп должен быть полностью включен в соответствии с руководством по эксплуатации и выдержан во включенном состоянии не менее 2 часов.

8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

8.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения.

8.1.1 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.

8.1.2 Результаты внешнего осмотра и проверки комплектности микроскопа считают положительными, если выполняются все требования п. 8.1.1.

8.1.3 Для идентификации программного обеспечения (ПО) микроскопа необходимо:

- включить микроскоп;
- запустить рабочую программу микроскопа согласно руководству по эксплуатации;
- в главном меню программы войти в подменю «Настройки»;
- 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 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационное наименование ПО	Phenom UI
Номер версии (идентификационный номер) ПО	4.X.X и выше

8.2 Проверка работоспособности микроскопа

8.2.1 В соответствии с руководством по эксплуатации включить микроскоп, убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и микроскопом.

8.2.2 Установить в микроскоп образец ПО-1 и получить электронно-микроскопическое изображение.

8.2.3 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы ускоряющих напряжений и тока электронного зонда.

8.2.4 Убедится, что детектор обратно рассеянных электронов функционирует во всех режимах в соответствии с технической документацией.

8.2.5 Убедится, что для всех модификаций обеспечивается предусмотренный технической документацией диапазон увеличений.

8.2.6 Для модификации Phenom ProX убедиться в наличии связи программного обеспечения энергодисперсионного спектрометра и микроскопа а также в работоспособности самого спектрометра.

8.2.7 Микроскоп считается годным к поверке, если результаты проверок по пп. 8.2.1 – 8.2.6 положительные.

8.3 Определение метрологических характеристик

8.3.1 Определение диапазона и относительной погрешности измерений линейных размеров

8.3.1.1 Установить в держатель микроскопа ПО-1 (мера МШПС-2.0К), предварительно отъюстировав образец по высоте в соответствии с руководством по эксплуатации микроскопа. Ввести держатель в микроскоп и произвести откачку. Установить ускоряющее напряжение 15 кВ (для модификации Phenom Pure ускоряющее напряжение – 10 кВ), параметр «качество изображения» - высокое .


8.3.1.2 В соответствии с руководством по эксплуатации микроскопа получить изображение шаговой структуры центрального модуля ПО-1.

8.3.1.3 Поворотом изображения добиться приблизительной параллельности дорожек вертикальным границам изображения. В соответствии с руководством по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения и максимальной компенсации астигматизма. Фокусировку, регулировку яркости и контрастности выполнять в ручном режиме, обращая внимание на отсутствие участков с ограничением сигнала. Выбрать такое увеличение, чтобы на изображении поместилось полностью 2 выступа. Сфотографировать изображение.

8.3.1.4. Выбрать такое увеличение, чтобы на изображении помещалось полностью 9 шагов меры. Сфотографировать полученное изображение.

8.3.1.5 Установить в держатель микроскопа ПО-2 (концевую меру), ориентируя образец так, чтобы рабочие плоскости концевой меры были расположены вертикально. Отъюстировать образец по высоте в соответствии с руководством по эксплуатации микроскопа. Ввести держатель в микроскоп и произвести откачку. Установить ускоряющее напряжение 15 кВ (для модификации Phenom Pure ускоряющее напряжение – 10 кВ).

8.3.1.6. Получить изображение концевой меры при минимальном увеличении, производя фокусировку на верхних границах рабочих плоскостей концевой меры. Ориентировать изображение таким образом, чтобы края изображения концевой меры были расположены вертикально. Сфотографировать полученное изображение.

8.3.1.7. В соответствии с руководством по эксплуатации, на полученных в п. 8.3.1.3, п.8.3.1.4 и п.8.3.1.6 снимках произвести измерения линейных размеров, используя встроенный режим измерения (кнопка ). Для шаговых структур измерения следует проводить между эквивалентными точками выступов таким образом, чтобы на измеряемом отрезке укладывалось либо 1 шаг (для изображения по п.8.3.1.3) либо 9 шагов (для изображения по п.8.3.1.4). Измерения провести $n = 10$ раз, каждый раз смещаясь по структуре.

Для изображения концевой меры произвести измерения расстояния между краями концевой меры, всего 10 измерений.

8.3.1.8 Вычисление доверительных границ погрешности результатов измерений проводят в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011. Вычисляют результат измерений линейных размеров элемента \bar{l} длиной 2 мкм, 18 мкм и 1000 мкм по формуле:

$$\bar{l} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} l_i$$

где \bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, мкм;
 l_i – результат i -го измерения расстояния между эквивалентными точками структуры, ($i = 1, 2, \dots, 10$).

Границы относительной погрешности измерений линейных размеров (без учета знака) вычисляют по формуле:

$$\delta = \frac{1}{\bar{l}} |\bar{l} - l_{ref}| \times 100\%$$

где δ – границы относительной погрешности измерений линейных размеров, %;
 \bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, вычисленный по формуле (1), мкм;
 l_{ref} – аттестованное значение линейного размера элемента, мкм

8.3.1.9. В качестве границ относительной погрешности измерений линейных размеров во всем диапазоне принимают максимальное по модулю значение δ , из числа значений, полученных для каждого конкретного размера элемента.


8.3.1.10. Микроскоп считается годным, если величина δ не превосходит 3 % для модификации Phenom Pure и Phenom XL, 2 % для модификаций Phenom Pro и Phenom

ProX и 1,5% для модификации Phenom Pharos. Если указанные требования выполнены, то диапазоном измерений линейных размеров считают диапазон от 1 мкм до 1000 мкм.

8.3.2 Определение пространственного разрешения микроскопа

8.3.2.1 Установить в держатель микроскопа поверочный образец ПО-1 (мера МШПС-2.0К), предварительно отъюстировав образец по высоте в соответствии с инструкцией по эксплуатации микроскопа. Ввести держатель в микроскоп и произвести откачку. Установить ускоряющее напряжение 15 кВ (для модификации Phenom Pure ускоряющее напряжение – 10 кВ).

8.3.2.2 Получить изображение верхнего основания выступа шаговой структуры центрального модуля меры при значении увеличения: 300000 крат для модификации Phenom Pharos, 150000 крат для модификации Phenom Pro(X), 100000 крат для модификации Phenom XL и 60000 крат для модификации Phenom Pure. Сфотографировать полученное изображение.

8.3.2.3 В соответствии с руководством по эксплуатации, на полученном по п. 8.3.2.2 изображении произвести измерения линейного размера l_B , соответствующего ширине верхнего основания выступа меры, используя встроенный режим измерения (кнопка ).

8.3.2.4 Установить в микроскоп образец ВО-1. Получить электронно-микроскопическое изображение островковой пленки золота. Провести настройку оптимальной фокусировки изображения, добиться максимальной компенсации астигматизма. Убедится, что все области изображения находятся в линейном диапазоне видеосуилителя (нет ограничений видеосигнала). Регулировку увеличения, яркости и контрастности следует проводить в ручном режиме. Занести в память компьютера изображение с увеличением, указанным в п.8.3.2.2. Измерить по полученному изображению минимально разрешаемое расстояние l_o между островками золота.

8.3.2.5 Определить пространственное разрешение микроскопа по формуле

$$R = \frac{l_o}{l_B} L_{amm}$$

где L_{amm} – аттестованное значение ширины верхнего основания меры, указанное в паспорте на меру.

8.3.2.6. Микроскоп считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если пространственное разрешение, полученное по п.8.3.2.5, не превышает значения 2,5 нм для модификации Phenom Pharos, 8 нм для модификаций Phenom Pro(X), 14 нм для модификации Phenom XL и 25 нм для модификации Phenom Pure.

8.3.3 Определение энергетического разрешение энергодисперсионного спектрометра на линии $K\alpha$ марганца (модификация микроскопа Phenom ProX)

8.3.3.1 Перед проведением измерений микроскоп и энергодисперсионный спектрометр должен быть включен не менее 60 минут.

8.3.3.2 Установить поверочный образец ПО-3 (чистый марганец).

8.3.3.3 В окне программы управления микроскопом нажать кнопку **SETTINGS** и установить следующие параметры:


mode: **analysis (15 kV)**
intensity: **point**
detector: **full**


8.3.3.4 Получить электронно-микроскопическое изображение элемента ПО-3 с увеличением около 1000х.

8.3.3.5 В программе **Pro Suite** в окне **Element Identification** убедиться, что в окне **Measurement Duration** установлены параметры:

Maximum count: **1.000.000**

Maximum time (s): **30**

8.3.3.6 Нажать кнопку  справа от изображения образца и выбрать щелчком мышки на электронно-микроскопическом изображении область для анализа.

8.3.3.7 Нажать кнопку  справа от изображения и перейти на вкладку **Analysis**. На этой вкладке показан набранный спектр образца ПО-3. В соответствии с описанием программы **ProSuite** запомнить полученные результаты, присвоив соответствующее имя проекту. В соответствующей папке полученный спектр сохраняется в формате EMSA. Спектр представляет собой массив данных $A=\{I_j, E_j\}$, где I_j, E_j – значения интенсивности рентгеновского излучения и энергии фотонов соответственно. Указанные данные переносят в программу **OriginPro 8** или аналогичную для дальнейшей обработки.

8.3.3.8 Из полученного в п.8.3.3.7 массива данных $A=\{I_j, E_j\}$ выделяют массив $B=\{I_k, E_k\}$ соответствующий диапазону энергий от $E_{\min}=(5690 \pm 10)$ эВ до $E_{\max}=(6140 \pm 10)$ эВ. Зависимость интенсивности рентгеновского излучения от энергии фотонов $I(E)$ аппроксимируют с помощью четырехпараметрической модели:

$$I(E) = I_{\phi} + A \cdot \text{Exp} \left[-\frac{(E - E_p)^2}{2w^2} \right] \quad (6)$$

- где
- I_{ϕ} - интенсивность фона, число импульсов за 30 с;
 - A - спектральная интенсивность характеристической линии, число импульсов за 30 с;
 - E - энергия фотона, эВ;
 - E_p - энергия фотона, соответствующая значению спектральной интенсивности, эВ;
 - w - параметр, характеризующий ширину линии, эВ.

В программе **OriginPro 8** этому соответствуют следующие действия: в меню **Analysis** выбрать пункт **Fitting**, в появившемся выпадающем меню пункт **NonLinearCurveFit**. В появившемся окне диалога выбрать пункт **FunctionSelections**, в окне **Category** выбрать из выпадающего меню **PeakFunctions**, затем в пункте **Category** выбрать функцию **GaussAmp**, которая соответствует модели (6). Осуществить аппроксимацию и в окне данных считать значения параметра w .

8.3.3.9 Энергетическое разрешение спектрометра на линии $K\alpha$ марганца ΔE_{Mn} , эВ, вычисляют по формуле:

$$\Delta E_{Mn} = 2w\sqrt{\ln 4} \quad (8)$$

где w - параметр, вычисленный в п. 8.3.3.8, эВ

8.3.3.10 Микроскоп считается годным, если значение ΔE_{Mn} не более 132 эВ.

9 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 в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. №1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на лицевую панель микроскопа в виде наклейки в соответствии с рисунком внешнего вида, приведенным в описании типа.

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

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



В.Б. Митюхляев