



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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

АО «НИЦПВ»


Д.М. Михайлюк



« 07 » июля 2022 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Микроскоп электронный просвечивающий
Themis Z G3**

**Методика поверки
МП 7287-2021**

г. Москва
2022 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на микроскоп электронный просвечивающий Themis Z G3 фирмы «Thermo Fisher Scientific», Нидерланды (далее – микроскоп) и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

1.2 Микроскопы предназначены для измерений линейных размеров элементов микро- и наноструктур тонкопленочных образцов, микро- и наночастиц на пленке-подложке, определения их элементного состава методом энергодисперсионной спектроскопии и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов.

1.3 При проведении поверки измеряемые микроскопом значения величин прослеживаются к Государственному первичному эталону метра ГЭТ 2-2021 посредством использования в качестве средства поверки стандартного образца ГСО 10030-2011.

1.4 Поверка микроскопа проводится методом непосредственного сличения с ГСО 10030-2011.

1.5 Межповерочный интервал 1 год.

2. Перечень операций поверки

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

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		В процессе эксплуатации	После ремонта
1. Внешний осмотр микроскопа	7	да	да
2. Подготовка к поверке и опробование микроскопа	8	да	да
3. Проверка программного обеспечения микроскопа	9	да	да
4. Определение метрологических характеристик микроскопа	10	да	да
4.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров	10.1		
4.2 Определение пространственного разрешения в СПЭМ-режиме	10.2		
4.3 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца	10.3		
5. Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям	10.4	да	да
6. Оформление результатов поверки	11	да	да

2.2 Операции поверки проводятся юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в установленном порядке.

2.3 Проведение поверки не в полном объеме, для меньшего числа поддиапазонов измерений и для меньшего числа измеряемых величин не предусмотрено.

3. Метрологические и технические требования к средствам поверки и вспомогательному оборудованию

При проведении поверки применяют средства поверки и вспомогательное оборудование, указанное в таблицах 2 и 3:

Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности для шага и межплоскостного расстояния d_{111} соответственно ± 1 нм и $\pm 0,0005$ нм.	Стандартный образец параметров шаговой структуры в тонком слое монокристаллического кремния ГСО 10030-2011 (далее ПО-1)
п.10.2 Определение пространственного разрешения микроскопа	Границы допускаемых значений абсолютной погрешности для шага и межплоскостного расстояния d_{111} соответственно ± 1 нм и $\pm 0,0005$ нм.	ПО-1
10.3 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца	Массовая доля марганца в стандартном образце не менее 95 %.	Стандартный образец состава марганца металлического типа Mn95 (Ф5) ГСО 1095-90П (далее ПО-2)

Таблица 3 – Вспомогательное оборудование, используемое при поверке

Операции поверки, требующие применение вспомогательного оборудования	Основные технические характеристики вспомогательного оборудования.	Перечень рекомендуемого вспомогательного оборудования
п.10.2 Определение пространственного разрешения микроскопа	Образец нитрида галлия с ориентацией поверхности (211) толщиной не более 50 нм.	Gallium Nitride GaN211 HR-STEM, США

Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

4. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80 «Правила эксплуатации электроустановок потребителем».

5. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы просвечивающей электронной микроскопии;
- изучившие техническое описание и Методику поверки поверяемой установки.

6. Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от 18 до 22
- относительная влажность воздуха, %, не более.....80
- напряжение питания от сети переменного тока частотой 50/60 Гц, В.....от 210 до 240

7. Внешний осмотр микроскопа

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие микроскопа следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, заводской 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.

7.2 Результаты внешнего осмотра микроскопа считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1

8. Подготовка к поверке и опробование микроскопа

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

8.2 В соответствии с руководством по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и микроскопом.

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

8.4 Убедиться в возможности переключения ускоряющих напряжений и увеличений.

8.5 Микроскоп считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если результаты проверок по пп. 8.1 – 8.4 положительные.

9. Проверка программного обеспечения микроскопа

9.1 Для идентификации программного обеспечения (ПО) микроскопа необходимо:

- запустить рабочую программу микроскопа согласно руководству по эксплуатации;
- в верхней части окна программы войти в меню «About» и выбрать подпункт «About TEM»;
- считать идентификационное наименование и номер версии ПО.

9.2 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	Номер версии (идентификационный номер) ПО
TEM User interface	2.15.3
TIA	5.0
Velox	2.14.0.703
GMS	3.32.2403.0

10 Определение метрологических характеристик микроскопа

10.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров

10.1.1 Установить ускоряющее напряжение 300 кВ. Получить изображение кристаллической решетки кремния в СПЭМ-режиме при увеличении 1800000 крат. Значение межплоскостного расстояния $d_{111}=0,31$ нм соответствует нижней границе (0,3 нм) диапазона измерений линейных размеров.

10.1.2 Уменьшить электронно-оптическое увеличение микроскопа до такого значения, чтобы все выступы шаговой структуры занимали на изображении не более 80% экрана, что соответствует верхней границе (10 мкм) диапазона измерений линейных размеров.

10.1.3 Получить изображение в СПЭМ-режиме всех выступов поверочного образца ПО-1 при увеличении 5000 крат.

10.1.4 В соответствии с Руководством по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения. Запомнить полученное изображение.

10.1.5 Провести 10 измерений значений суммы всех шагов $t_{\Sigma i}$ (i – номер измерения) между эквивалентными точками двух крайних выступов поверочного образца ПО-1.

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

$$T_{\Sigma} = \frac{\sum_{i=1}^{10} t_{\Sigma i}}{10} \quad (1)$$

где $t_{\Sigma i}$ – измеренное значение суммы всех шагов, выраженное в нм,

Вычислить отклонение измеренного среднего значения суммы всех шагов шаговой структуры от паспортного:

$$\Delta_1 = T_{\Sigma} - T_{\Sigma \text{пасн}} \quad (2)$$

где $T_{\Sigma \text{пасн}}$ – паспортное значение суммы всех шагов шаговой структуры ГСО 10030-2011.

10.1.7 Получить изображение в СПЭМ-режиме двух соседних выступов поверочного образца ПО-1 при увеличении 29000 крат.

10.1.8 В соответствии с Руководством по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения. Запомнить полученное изображение.

10.1.9 Провести 10 измерений значений шага t_i (номинальным значением 2 мкм) между эквивалентными точками двух соседних выступов.

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

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

где t_i – измеренное значение шага, выраженное в нм,

Вычислить отклонение измеренного среднего значения шага шаговой структуры от паспортного:

$$\Delta_2 = T - T_{\text{пасн}} \quad (4)$$

где $T_{\text{пасн}}$ – паспортное значение шага шаговой структуры ГСО 10030-2011.

10.1.11 Получить изображение кристаллической решетки кремния поверочного образца ПО-1 при таком увеличении, чтобы в поле зрения помещались от 10 до 50 межплоскостных расстояний для кристаллографических плоскостей (111) кремния. Измерить расстояние T_{10} между такими двумя плоскостями (111) кремния, расстояние между которыми соответствует 10 параметрам d_{111} . При этом между указанными

плоскостями должно находиться 9 плоскостей (111). Определить среднее значение \bar{T}_{10} по результатам 10 измерений параметра T_{10} .

10.1.12 Вычислить отклонение измеренного значения линейного размера T_{10} от соответствующего паспортного значения $10d_{111}$:

$$\Delta_3 = \bar{T}_{10} - 10d_{111} \quad (5)$$

где d_{111} – аттестованное значение межплоскостного расстояния для поверочного образца ПО-1 (ГСО 10030-2011).

10.1.13 По изображениям, полученным по п.10.1.11, 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 $T_{(111)}$.

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

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

10.2 Определение пространственного разрешения микроскопа

10.2.1 Получить изображение кристаллической решетки кремния в СПЭМ-режиме при увеличении 3000000 крат и ускоряющем напряжении 300 кВ поверочного образца ПО-1. Запомнить полученное изображение.

10.2.2 На полученном по п. 10.2.1 изображении, в соответствии с руководством по эксплуатации, произвести измерения линейного размера L_1 , соответствующего межплоскостному расстоянию d_{111} поверочного образца ПО-1.

10.2.3 Установить в микроскоп образец ВО-1 (образец монокристаллического GaN ориентации (211)). При увеличении 3000000 крат и ускоряющем напряжении 300 кВ в СПЭМ-режиме провести настройку оптимальной фокусировки изображения, добиться максимальной компенсации астигматизма. Запомнить полученное изображение. Измерить по полученному изображению минимально разрешаемое расстояние L_0 между соответствующими плоскостями образца ВО-1.

10.2.4 Определить пространственное разрешение микроскопа в СПЭМ-режиме и ускоряющем напряжении 300 кВ по формуле

$$R = (L_0/L_1)d_{111} \quad (7)$$

где d_{111} – аттестованное значение межплоскостного расстояния (111), указанное в паспорте поверочного образца ПО-1.

10.3 Определение энергетического разрешение энергодисперсионного спектрометра на линии K α марганца

10.3.1 Используя держатель образцов – медную сетку с поддерживающим углеродным слоем Lacey/Carbon, установить в микроскоп поверочный образец ПО-2 (стандартный образец состава марганца металлического ГСО 1095-90П).

10.3.2 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.

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

10.3.4 Определить точки E_1 и E_2 по оси энергии рентгеновского спектра по обе стороны от максимума линии $K\alpha$ марганца ($E_1 < E_2$), соответствующие интенсивности линии $K\alpha$ марганца на полувисоте, то есть для значения интенсивности счета

$$I_{1/2} = I_{\phi} + (I_{\max} - I_{\phi})/2 \quad (8)$$

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

$$\Delta E_{Mn} = E_2 - E_1, \quad (9)$$

где значения E_1 и E_2 определяют по п.10.3.4 и выражают в эВ.

10.4 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям

10.4.1 Микроскоп считается прошедшим этап поверки по п.10.1 с положительным результатом, если выполнены требования п.10.1.1 и п.10.1.2 и выполнены условия:

$$|\Delta_1| \leq 0,4 + 0,03T_{\Sigma} \quad (10)$$

$$|\Delta_2| \leq 0,4 + 0,03T \quad (11)$$

$$|\Delta_3| \leq 0,4 + 0,03\bar{T}_{10} \quad (12)$$

$$|\Delta_4| \leq 0,4 + 0,03\hat{T}_{(111)} \quad (13)$$

где T_{Σ} - по п.10.1.6, T - по п.10.1.10, \bar{T}_{10} - по п.10.1.11, $\hat{T}_{(111)}$ - по п.10.1.13.

При этом следует считать, что пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений линейных размеров при ускоряющем напряжении 300 кВ составляют $\pm(0,4+0,03 \cdot L)$ нм, где L - линейный размер, выраженный в нм, а диапазон измерений линейных размеров составляет от 0,0003 до 10 мкм.

10.4.2 Микроскоп считается прошедшим этап поверки по п.10.2 с положительным результатом, если для значения пространственного разрешения R , полученного по п.10.2.4, выполнено требование:

$$R \leq 0,06 \text{ нм}. \quad (14)$$

10.4.3 Микроскоп считается прошедшим этап поверки по п.10.3 с положительным результатом, если выполнено требование

$$\Delta E_{Mn} \leq 136 \text{ эВ}. \quad (15)$$

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором отражают результаты измерений по п.п.7-10 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 Микроскоп, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативных актов федеральных органов исполнительной власти. Знак поверки наносится в виде наклейки или оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке и переднюю панель микроскопа.

11.3 При отрицательных результатах поверки микроскоп запрещают к применению и выдают извещение о непригодности по установленной форме.

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



В.Б.Митюхляев