



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

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

«25» октября 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Микроскопы электронные растровые настольные
Phenom**

**Методика поверки
МП 21/24-2021**

г. Москва
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на микроскопы электронные растровые настольные Phenom фирмы Thermo Fisher Scientific, Нидерланды (далее – микроскопы) модификаций Phenom Pure G6, Phenom Pro G6, Phenom ProX G6, Phenom Pharos G2, Phenom XL G2, Phenom Particle X и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Микроскопы предназначены для измерений линейных размеров микрорельефа поверхности твердотельных структур, количественного морфологического анализа и локального электронно-зондового элементного анализа.

Реализация данной методики обеспечивает прослеживаемость результатов измерений линейных размеров к ГЭТ 2-2021 согласно Государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Ростандарта от 29.12.2018 № 2840.

Прослеживаемость результатов измерений энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра обеспечивается привязкой к данным ГСССД 252-2011 «Энергия характеристического рентгеновского излучения при переходах в электронных оболочках атомов химических элементов с атомным номером от 4 до 100. Таблицы стандартных справочных данных».

Поверка осуществляется методом прямых измерений с использованием меры ширины и периода специальной МШПС-2.0К, меры длины концевой плоскопараллельной и ГСО 1095-90П.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Перечень операций поверки микроскопа

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	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр микроскопа	7	да	да
2. Подготовка к поверке и опробование микроскопа.	8	да	да
3. Проверка программного обеспечения микроскопа	9		
4. Определение метрологических характеристик микроскопа	10	Да	Да
4.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений линейных размеров	10.1	Да	Да
4.2 Определение пространственного разрешения	10.2	Да	Да
4.3 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии $K\alpha$ марганца*	10.3	Да	Да
4.4 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям	10.4	Да	Да
5. Оформление результатов поверки	11	Да	Да

*операция проводится при наличии энергодисперсионного спектрометра

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

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки и вспомогательное оборудование, указанные 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 относительной погрешности измерений линейных размеров	Номинальное значение шага шаговой структуры 2,00 мкм. Допустимое отклонение от номинального значения шага шаговой структуры не более $\pm 0,05$ мкм Мера длины концевая плоскопараллельная с номинальным значением 1 мм, класс точности 3.	Мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К (Госреестр №33598-06) Изготовленная по ГОСТ 9038-90 (Госреестр № 74059-19).
п.10.2 Определение пространственного разрешения	Номинальное значение шага шаговой структуры 2,00 мкм. Допустимое отклонение от номинального значения шага шаговой структуры не более $\pm 0,05$ мкм	Мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К (Госреестр №33598-06)
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 Мн95 (Ф5) ГСО 1095-90П

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	Островковая пленка золота на углероде. Средний размер островков островковой пленки не более 50 нм	Островковая пленка золота на углероде «Gold on Carbon SEM Resolution Test Specimen». Производитель – фирма SPI Supplies/Structure Probe, Inc., США. P.O. Box 656, West Chester, PA 19381-0656, USA

3.2 Допускается использование других средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений.

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

К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- имеющие опыт работы с микроскопами электронными растровыми;
- изучившие техническое описание и методику поверки поверяемого микроскопа.

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 однофазной сети переменного тока частотой (50±1) Гц, В.....от 110 до 240

7 Внешний осмотр микроскопа

7.1 При проведении внешнего осмотра 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.

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

8 Подготовка к поверке и опробование микроскопа

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

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

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


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

8.5 Убедиться в возможности переключения ускоряющих напряжений и увеличений.

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

9 Проверка программного обеспечения микроскопа

9.1 Для проверки идентификационных данных программного обеспечения (ПО) микроскопа необходимо:

- в основном интерфейсе микроскопа войти в меню настроек, нажав значок шестеренки в левом верхнем углу ;
- в открывшемся меню активировать иконку «Phenom», открыть вкладку «System», изображение которой представлено на рисунке 1;
- считать идентификационное наименование и номер версии ПО.

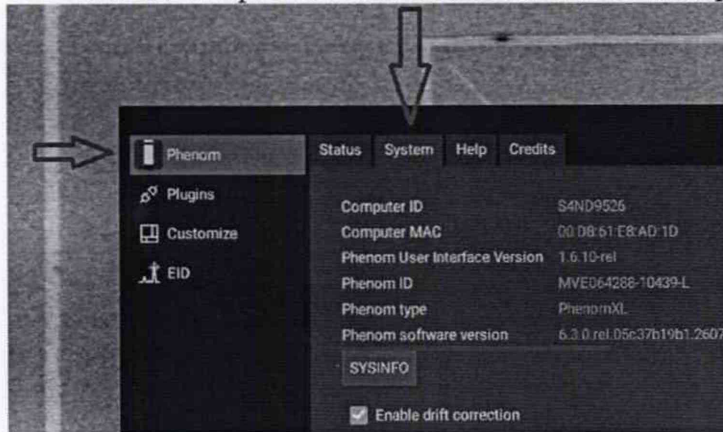


Рисунок 1. Изображение вкладки «System»

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	Phenom UI
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.X.X и выше

10 Определение метрологических характеристик микроскопа

10.1 Определение диапазона и относительной погрешности измерений линейных размеров

10.1.1 Установить в держатель микроскопа образец 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 G6 ускоряющее напряжение – 10 кВ), параметр «качество изображения» - высокое (Image) .

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


10.1.3 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 максимально возможное увеличение, чтобы на изображении поместилось полностью 2 выступа. Сфотографировать изображение.

10.1.4. Выбрать такое увеличение, чтобы на изображении помещалось полностью 9 шагов меры. Сфотографировать полученное изображение. В случае, если на изображении

не помещается требуемое количество шагов меры, отрегулируйте высоту образца в держателе, опустив образец вниз.

10.1.5 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 G6 ускоряющее напряжение 10 кВ).

10.1.6. 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.

10.1.7. В соответствии с руководством по эксплуатации, на полученных в п. 10.1.3, п.10.1.4 и п.10.1.6 снимках произвести измерения линейных размеров, используя встроенный режим измерения согласно пункту 4.5.1 инструкции по эксплуатации (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.10.1.3) либо 9 шагов (для изображения по п.10.1.4). Измерения провести $n = 10$ раз, каждый раз смещаясь по структуре.

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

10.1.8 На изображении, полученном по п. 10.1.3, проверить возможность измерения линейного размера, равного половине значения шага шаговой структуры (1 мкм). Для этого отрезок, соответствующий значению шага, разбить на два примерно равных отрезка l_1 и l_2 и подтвердить возможность измерений каждого из отрезков l_1 и l_2 .

10.1.9 При выполнении требований п.п.10.1.7-10.1.8 диапазоном измерений линейных размеров считать диапазон от 1 до 1000 мкм.

10.1.10 Вычисление доверительных границ погрешности результатов измерений проводят в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011. Вычислить результат измерений линейных размеров элемента \bar{l} длиной 2 мкм по формуле:

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

где \bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, мкм;

l_i – результат i -го измерения расстояния между эквивалентными точками структуры, ($i = 1, 2, \dots, 10$).

Относительную погрешность измерений линейных размеров δ_1 , для номинального линейного размера $\bar{l} = 2$ мкм вычислить по формуле:

$$\delta_1 = \frac{1}{\bar{l}} (\bar{l} - l_{ref}) \times 100\% \quad (2)$$

где l_{ref} – аттестованное значение линейного размера элемента, мкм

10.1.11 По аналогии с п.10.1.10, вычислить относительные погрешности измерений линейных размеров δ_2 и δ_3 для номинальных значений размеров элемента \bar{l} соответственно 18 мкм и 1000 мкм.

10.1.12. Границы относительной погрешности измерений линейных размеров во всем диапазоне от 1 до 1000 мкм принимают равными $\pm \delta$, где

$$\delta = \max[|\delta_1|, |\delta_2|, |\delta_3|] \quad (3)$$

10.2 Определение пространственного разрешения

10.2.1 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:

- для модификации Phenom Pure G6 – 10 кВ;
- для остальных модификаций – 15 кВ.

10.2.2 Получить изображение двух выступов шаговой структуры центрального модуля меры, ориентируя на изображении их вертикально и симметрично при значении увеличения $M_1=100000$ крат. Сфотографировать полученное изображение.

10.2.3 На изображении, полученном по п.10.2.2, измерить расстояние T (в пикселях), соответствующее значению шага шаговой структуры. Определить масштабный коэффициент изображения (в нм/пикс) по формуле:

$$m_1 = \frac{L_{amm}}{T} \quad (4)$$

где L_{amm} – аттестованное значение шага шаговой структуры меры ПО-1.

10.2.4 Установить в микроскоп образец ВО-1. Получить электронно-микроскопическое изображение в режиме BSE островковой пленки золота при значении увеличения M_2 , оптимальном для получения качественного изображения. Провести настройку фокусировки изображения, добиться максимальной компенсации астигматизма. Убедиться, что все области изображения находятся в линейном диапазоне видеоусилителя (нет ограничений видеосигнала). Регулировку увеличения, яркости и контрастности следует проводить в ручном режиме. Занести в память компьютера полученное изображение.

10.2.5. Выбрать на изображении по п.10.2.4 несколько островков с четкими краями и построить вдоль произвольных направлений кривые набегания. Выбор линий для построения кривых набегания показан на рисунке 2. Приблизительно 15% длины линии должно находиться вне островка, 15% на островке. Общее число кривых набегания 10.

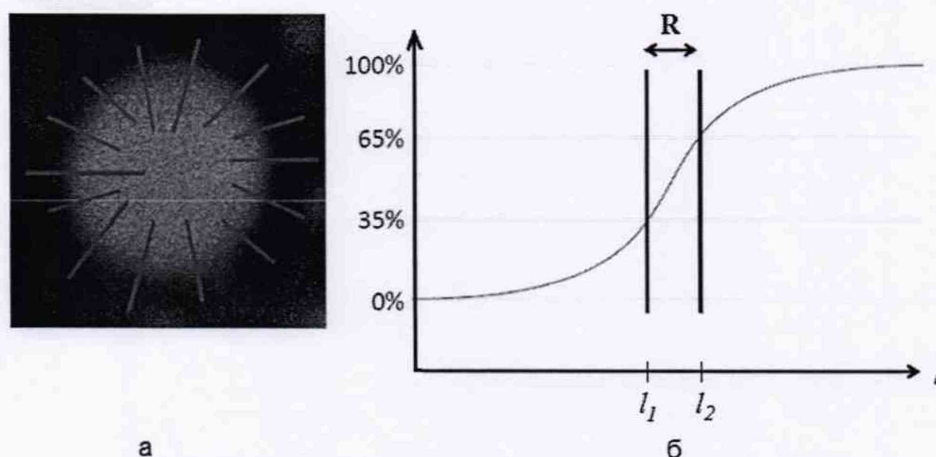


Рисунок 2 - К определению пространственного разрешения микроскопа

а – Изображение отдельного зерна золота на угольной подложке, красным показаны линии, вдоль которых строят кривые набегания и вычисляют пространственное разрешение;

б – Кривая набегания вдоль одной из линий, по оси ординат отложена интенсивность видеосигнала в относительных единицах. Разность между абсциссами точек пересечения кривой набегания и линий, соответствующих верхнему значению порога контраста (65% от максимальной интенсивности данного видеосигнала) и нижнему значению порога

контраста (35% от максимальной интенсивности данного видеосигнала) соответствует значению пространственного разрешения R .

10.2.6. Вычислить значение пространственного разрешения для каждой i -ой кривой набегания по формуле:

$$\bar{R}_i = m_i \frac{M_1}{M_2} (x_{2_i} - x_{1_i}) \quad (5)$$

где R_i – пространственное разрешение для i -ой кривой набегания, нм;

m_i – масштабный коэффициент изображения, вычисленный в п.10.2.3;

M_1 и M_2 – значения увеличения по п.п.10.2.2 и 10.2.4 соответственно.

x_{1_i}, x_{2_i} – x -координаты точек видеосигнала, соответствующие уровням 65% и 35% для i -ой кривой набегания, пиксель, как показано на рисунке 3.

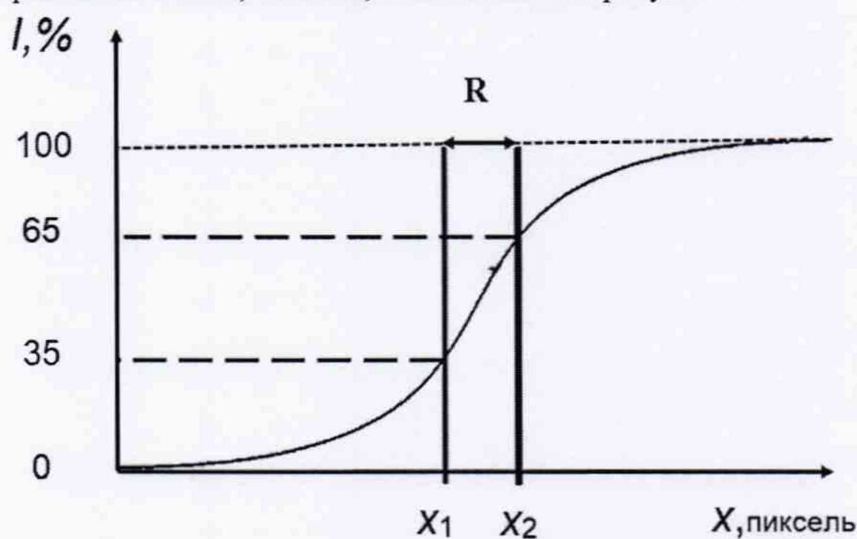


Рис.3. Схема обработки кривой набегания.

10.2.7 Операции по п. 10.2.6 выполнить для каждой кривой набегания.

10.2.8 В качестве пространственного разрешения принимают значение, вычисленное по формуле:

$$\bar{R}_n = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n R_i \quad (6)$$

10.2.9 Для модификаций микроскопа Phenom Pro G6 и Phenom ProX G6 повторить процедуры по пп.10.2.4 – 10.2.8 для режима получения изображения SE по п.10.2.4

10.3 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии $K\alpha$ марганца

10.3.1 Установить поверочный образец ПО-3 (стандартный образец состава марганца металлического ГСО 1095-90П) на подложку, используя проводящий скотч. Излишек порошка образца ПО-3 сдуть потоком воздуха.

10.3.2 В выпадающем сверху окне программы управления микроскопом установить следующие параметры:



Acc. voltage: **15 kV**

Beam Intensity: **point**

detector: **BSD full**

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

10.3.4 В окне «Настройки» во вкладке EID (п. 4.5.5.3 инструкции по эксплуатации) установить время накопления 30 с. В выпадающем меню сверху установить значение интенсивности тока пучка (Beam Intensity) LOW, ускоряющее напряжение 15 kV, уровень вакуума 10 Pa.

10.3.5 Нажать кнопку  справа от изображения образца, в открывшемся окне нажать на кнопку анализа в точке  и выбрать щелчком мышки на электронно-микроскопическом изображении область для анализа.

10.3.6 В соответствии с пунктом 4.5.5.5 инструкции по эксплуатации 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.

10.3.7 Из полученного в п.10.3.6 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:

$$I(E) = I_{\phi} + A \cdot \text{Exp} \left[-\frac{(E - E_p)^2}{2w^2} \right] \quad (7)$$

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 **NonLinear Curve Fit**. В появившемся окне диалога выбрать пункт **Function Selections**, в окне **Category** выбрать из выпадающего меню **Peak Functions**, затем в пункте **Category** выбрать функцию **GaussAmp**, которая соответствует модели (7). Осуществить аппроксимацию и в окне данных считать значения параметра w .

10.3.8 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. 10.3.7, эВ

10.4 Подтверждение соответствия микроскопа метрологическим требованиям

10.4.1 Результаты определения диапазона и относительной погрешности измерений линейных размеров считают положительными, если:

- выполнены требования п.п.10.1.7-10.1.8, при этом диапазоном измерений линейных размеров следует считать диапазон от 1 до 1000 мкм;
- границы относительной погрешности измерений линейных размеров $\pm \delta$, определенные по п.10.1.12, удовлетворяют требованиям:

$\delta \leq 2$ для модификаций Phenom Pure G6 и Phenom XL G2,

$\delta \leq 1,5$ для модификаций Phenom Pharos G2,

$\delta \leq 2$ для модификаций Phenom Pro G6, Phenom ProX G6, Phenom Particle X.

10.4.2 Результаты определения пространственного разрешения считают положительными, если значения, полученные по п.10.2.8, соответствуют данным таблицы 5.

Таблица 5 Значения пространственного разрешения микроскопов

Наименование характеристики	Модификация прибора					
	Phenom Pure G6	Phenom Pro G6	Phenom ProX G6	Phenom Pharos G2	Phenom XL G2	Phenom Particle X
Пространственное разрешение, нм, не более	15	6 (режим SE) 8 (режим BSE)		1,5	10	10

10.4.3 Результаты определения энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра на линии Ка марганца считают положительными, если выполнено условие:

$$\Delta E_{Mn} \leq 132 \text{ эВ},$$

где ΔE_{Mn} определяется по п.10.3.5.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.п. 10.1-10.3 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.4 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 на свидетельство о поверке и на лицевую панель модуля получения изображений в виде наклейки.

11.3 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