

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская
«23» января 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Микроскоп атомно-силовой Keysight 5600LS

Методика поверки

МП 002.М44-17

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«23» января 2017 г.

1 Введение

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на микроскоп атомно-силовой Keysight 5600LS (далее по тексту - микроскоп), предназначенный для измерений линейных размеров микрорельефа твердотельных структур, и определяет методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 Интервал между поверками – 1 год.

2 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	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 и относительной погрешности измерений линейных размеров в плоскости XY	8.4.1	Да	Да
Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений линейных размеров по вертикали (ось Z)	8.4.2	Да	Да

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

2.3 Поверку средства 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 использованы средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики 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
8.4.1, 8.4.2	Мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К, (ГР СИ № 33598-06) Номинальное значение шага шаговой структуры: 2 мкм; Допустимое отклонение от номинального значения шага шаговой структуры: $\pm 0,05$ мкм. Диапазон значений высоты выступов в шаговых структурах: от 100 до 1400 нм. Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения высоты выступов в шаговых структурах: ± 2 нм

8.4.1, 8.4.2	<p>Мера периода и высоты линейная TGZ1 (ГР СИ № 41678-09), согласно ГОСТ 8.296-2015 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений параметров шероховатости R_{max}, Rz в диапазоне от 0,001 до 3000,000 мкм и Ra в диапазоне от 0,001 до 750,000 мкм».</p> <p>Номинальное значение высоты выступов в шаговых структурах: 20 нм.</p> <p>Пределы допускаемых значений абсолютной погрешности определения высоты выступов в шаговых структурах: ±2 нм.</p> <p>Номинальное значение шага периодической структуры меры: 3 мкм.</p> <p>Допустимое отклонение от номинального значения шага периодической структуры: ±0,01 мкм.</p>
8.4.1	<p>Объект-микрометр ОМО (ГР СИ № 590-63).</p> <p>Расстояние между серединами соседних делений: 0,01 мм</p> <p>Расстояние между серединами десяти делений: 0,10 мм</p> <p>Наибольшее отклонение длины отдельных интервалов шкалы от номинальных значений:</p> <ul style="list-style-type: none"> - между серединами соседних делений: 0,001 мм. - между серединами десяти делений: 0,002 мм.
8.4.2	<p>Мера периода и высоты линейная TGZ2, (ГР СИ № 41678-09), согласно ГОСТ 8.296-2015 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений параметров шероховатости R_{max}, Rz в диапазоне от 0,001 до 3000,000 мкм и Ra в диапазоне от 0,001 до 750,000 мкм».</p> <p>Номинальное значение высоты выступов в шаговых структурах: 110 нм.</p> <p>Пределы допускаемых значений абсолютной погрешности определения высоты выступов в шаговых структурах: ±10 нм.</p> <p>Номинальное значение шага периодической структуры меры: 3 мкм.</p> <p>Допустимое отклонение от номинального значения шага периодической структуры: ±0,01 мкм.</p>

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

4 Требования к квалификации поверителей

4.1 К работе с микроскопом допускаются лица, прошедшие обучение по требуемому виду измерений, изучившие настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации микроскопа и средств поверки, имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н.

5 Требования безопасности

5.1 Микроскоп должен устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях. 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, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. Оборудование, применяемое при проведении поверки, 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.

5.2 Система электрического питания микроскопа должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов. Чтобы избежать физических повреждений и/или ущерба имуществу, шнуры питания микроскопа оборудованы плавким предохранителем. Подключайте штепсель этого шнура только к заземленной электрической розетке.

5.3 При проведении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации микроскопа.

5.4 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.

6 Условия поверки

6.1 Поверку микроскопа проводят при следующих значениях внешних воздействующих факторов с учетом требований ГОСТ 8.395-80:

– температура окружающего воздуха, °С	от +19 до +21;
– относительная влажность воздуха при 25 °С, %, не более	65;
– атмосферное давление, кПа	от 96 до 104;
– напряжение питающей сети, В	220;
– частота питающей сети, Гц	50/60.

6.2 Микроскоп не должен подвергаться прямому воздействию солнечных лучей.

6.3 В помещении не допускаются посторонние источники излучения, мощные переменные электрические и магнитные поля.

6.4 Рядом с микроскопом не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры в ходе проведения поверки – не более 1 °С.

6.5 В ходе проведения поверки эксплуатация микроскопа проводится только в соответствии с Руководством по эксплуатации.

7 Подготовка к поверке

7.1 Перед началом работы с микроскопом внимательно изучите руководство по эксплуатации микроскопа, а также ознакомьтесь с правилами подключения прибора.

7.2 Все меры, используемые при проведении поверки, выдерживают в условиях, согласно п. 6.1, не менее 2 ч. Извлечь поочередно все меры из футляров и осмотреть их для выявления внешних повреждений (царапин, сколов и других дефектов) и загрязнений. При необходимости поверхность меры очищают от частиц пыли струей очищенного и осушенного воздуха.

7.3 Подключить микроскоп к персональному компьютеру согласно схеме, указанной на рисунке 1.

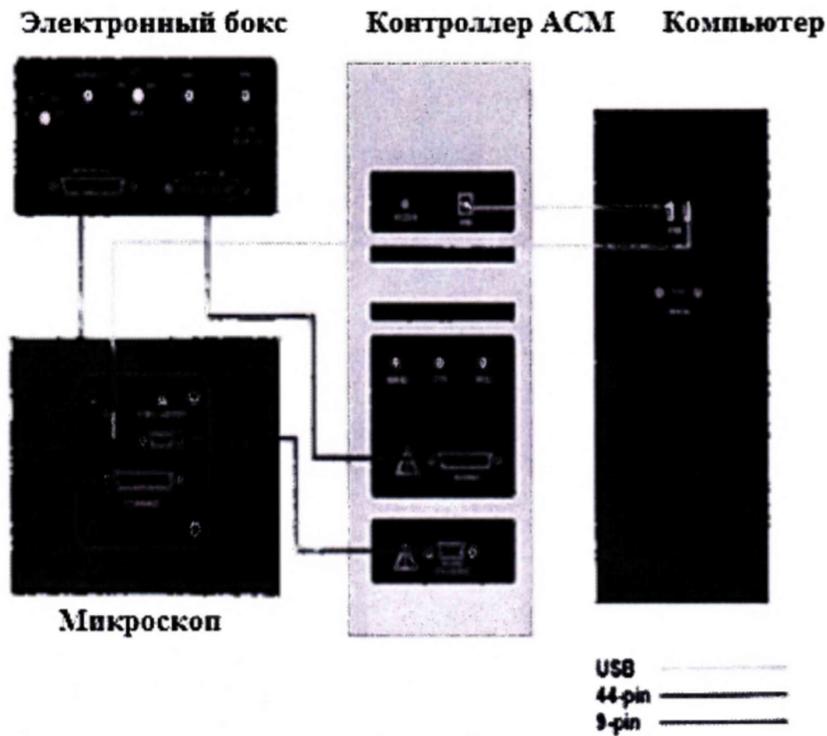


Рисунок 1 – Схема подключения микроскопа к персональному компьютеру

7.4 Перед началом работы протереть рабочий стол влажной бязевой салфеткой, протереть пинцет спиртом по ГОСТ 5962-2013.

7.5 Включить микроскоп в сеть.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие комплекта поставки микроскопа данным, приведенным в руководстве по эксплуатации микроскопа;
- отсутствие механических повреждений всех составных частей микроскопа;
- отсутствие механических повреждений соединительных кабелей и сетевых разъемов;
- наличие маркировки на микроскопе. Место нанесения маркировки показано на рисунке 2.

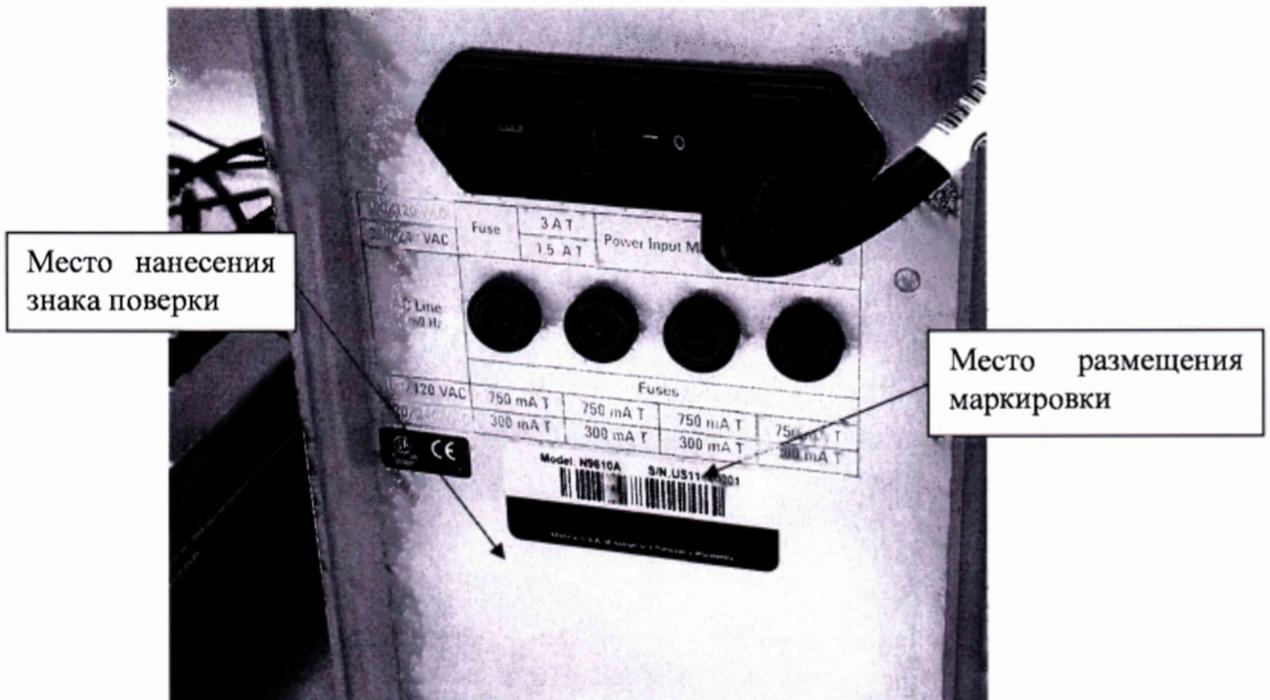


Рисунок 2 – Место нанесения маркировки

8.1.2 Микроскоп считается прошедшим операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции, маркировка и комплектность соответствуют требованиям, указанным в руководстве по эксплуатации микроскопа.

8.2 Опробование

8.2.1 В соответствии с требованиями руководства по эксплуатации микроскопа привести микроскоп в рабочее состояние.

8.2.2 Запустить программу PicoView на рабочем столе компьютера.

8.2.3 Откалибровать лазер:

- Из основного меню PicoView выбрать **Controls>Camera View**.

При этом откроется окно камеры видения в соответствии с рисунком 3.

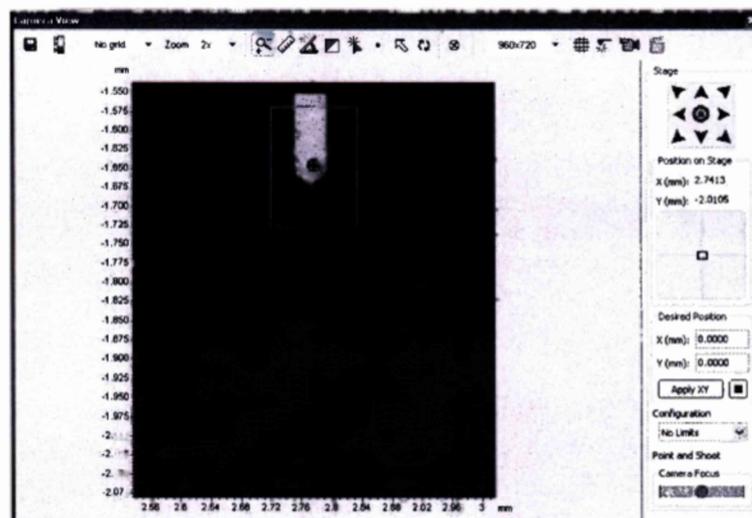


Рисунок 3 - Окно Camera View с голубой полоской внизу справа для регулировки оптического фокуса

- Нажать на голубую кнопку, которая расположена справа снизу в окне **Camera View**.

8.2.4 Откалибровать детектор:

- В панели инструментов нажать кнопку **Laser Alignment**. Откроется окно, соответствующее рисунку 4.

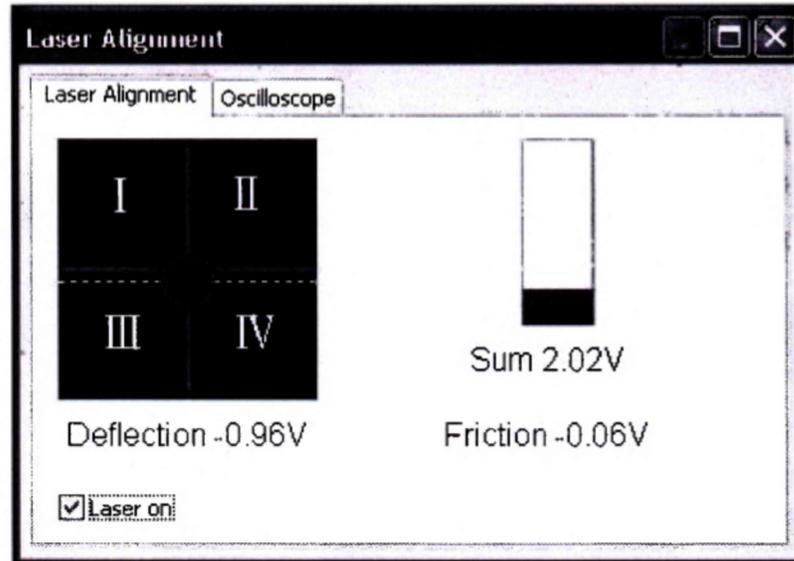


Рисунок 4 - Окно настройки детектора

- Использовать регуляторы на детекторе для перемещения лазерного пятна до пересечения с зеленой вертикальной линией и пунктирной жёлтой линией по горизонтали, как показано на рисунке 4. Регулятор спереди (отклонение) перемещает пятно вверх (по часовой стрелке) или вниз (против часовой стрелки). Левый регулятор движет пятно влево (по часовой стрелке) или вправо (против часовой стрелки).

- Если пятно лазера находится вне детектора, суммарный сигнал (SUM) будет близок к 0 V, а лазерное пятно в окне регулировки лазера будет в виде незаполненного круга. Снимите детектор со сканера и отрегулируйте положение детектора, используя пятно на экране сканера.

8.2.5 Микроскоп считается прошедшим операцию опробования, если все этапы калибровки детектора пройдены без сообщения об ошибках.

8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

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

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения микроскопа необходимо в ПО PicoView открыть раскрывающееся меню **Help --> About PicoView**. Окно подтверждения показано на рисунке 5.



Рисунок 5 – Подтверждение ПО

8.3.3 Микроскоп считается прошедшим операцию поверки, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	PicoView
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.18.2 и выше
Цифровой идентификатор ПО	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений линейных размеров в плоскости XY

8.4.1.1 Установить меру периода и высоты линейную TGZ1 (далее по тексту - мера TGZ1) в центр предметного столика.

8.4.1.2 Подвести кантилевер к мере:

- Выбрать в ПО Pico View **Mode>Contact**.
- Нажать **Controls>Camera View**, чтобы открыть окно просмотра видео изображения с камеры.
- Зажать переключатель **Close** на **НЕВ**, чтобы опустить сканер до тех пор, пока острие кантилевера не окажется близко к образцу, но не коснется его.
- Открыть окно **Servo**, показанное на рисунке 6, нажав **Controls>Imaging**. Ввести величину контрольной точки (**Setpoint**) чуть более положительную, чем текущее значение отклонения (**Deflection**) в окне настройки детектора (**Laser Alignment**). При этом задается отклонение, которое система обратной связи установит и будет поддерживать.

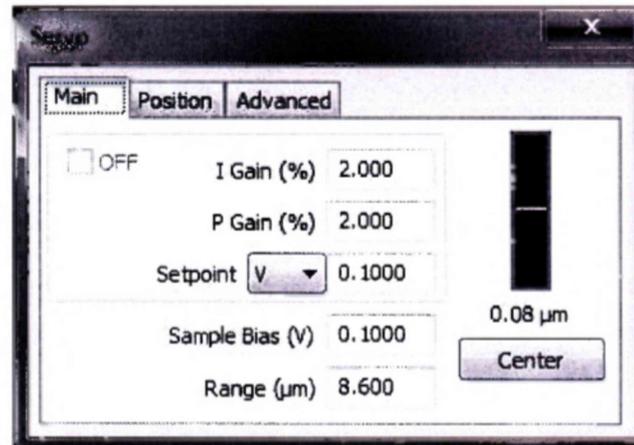


Рисунок 6 - Окно **Servo**, показывающее напряжение в контрольной точке и коэффициент усиления

- Нажать кнопку **Approach** на панели инструментов. Система будет опускать сканер, пока отклонение кантилевера не достигнет установленного значения в контрольной точке.

8.4.1.3 Запустить сканирование:

- В окне **Scan** и **Motor** выберите вкладку **Scan**, в соответствии с рисунком 7.

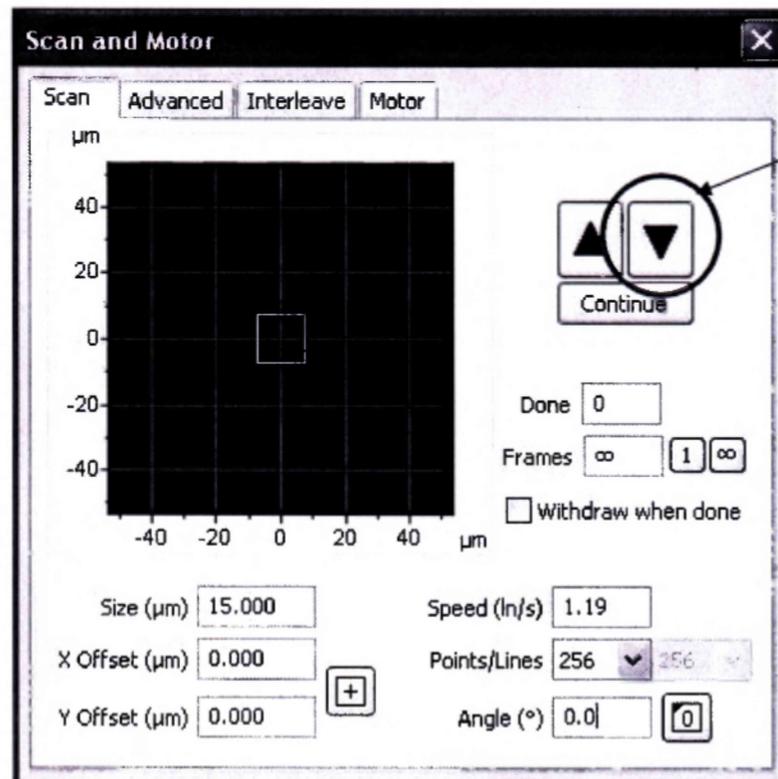


Рисунок 7 - Окно **Scan** и **Motor**: ярлык **Scan**

- Введите скорость сканирования (**Speed (ln/s)**) равную 1.19, как показано на рисунке 6.
- Введите разрешение (**Point/Lines**) равное 256.
- Кликните голубую стрелку **Down**, чтобы инициировать начало сканирования сверху вниз, как показано на рисунке 8.

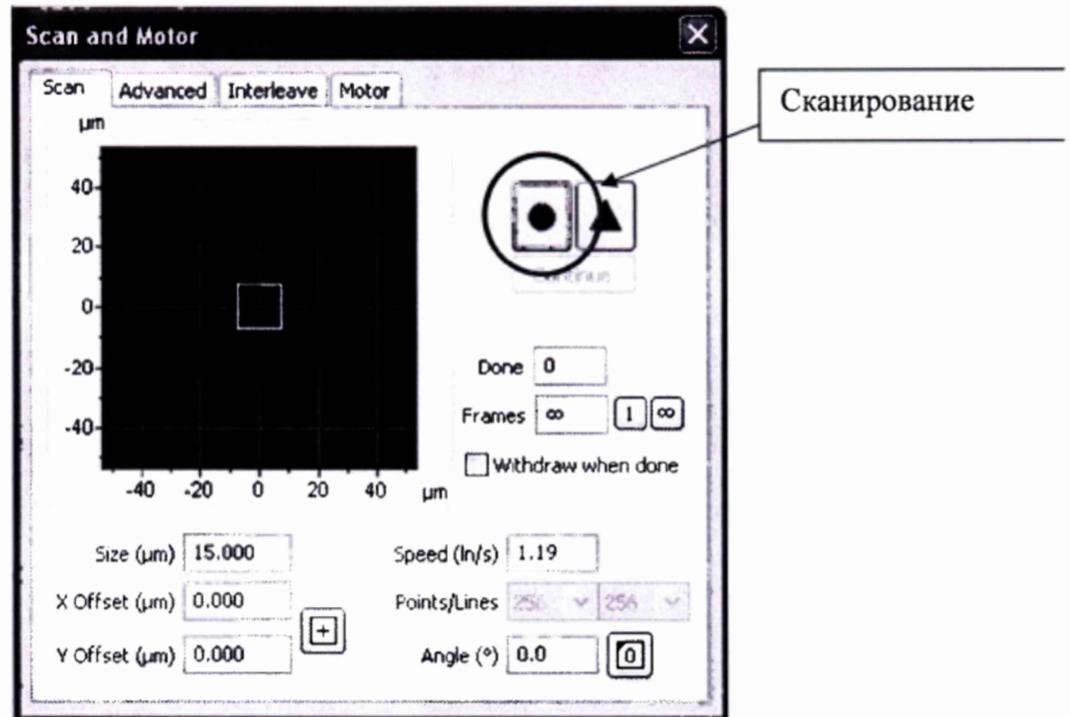


Рисунок 8 - Окно Scan и Motor после начала сканирования

8.4.1.4 Получить изображение шаговых структур, показанное на рисунке 9. В окне **Real-time Images** включите кнопку **Trace**, для получения профиля поверхности. Провести измерения одного периода меры, как показано на рисунке 10. Программа автоматически выведет на экран значение периода и высоты ступеньки меры.

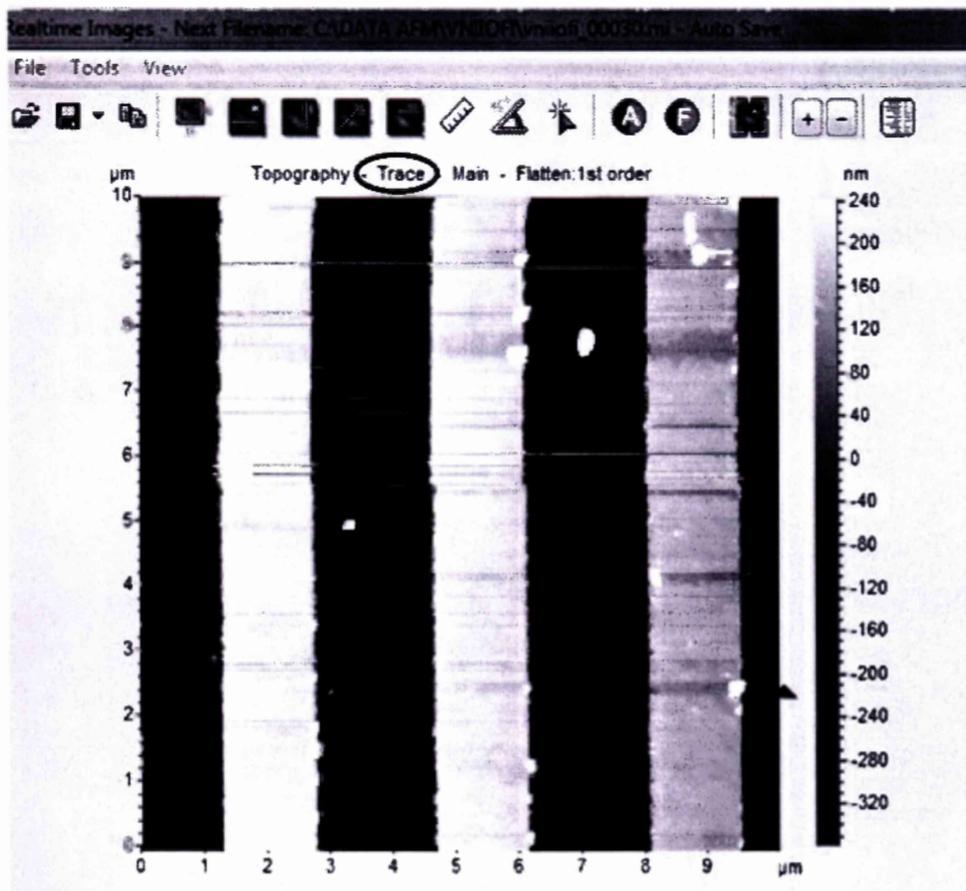


Рисунок 9 – Полученное изображение меры TGZ1

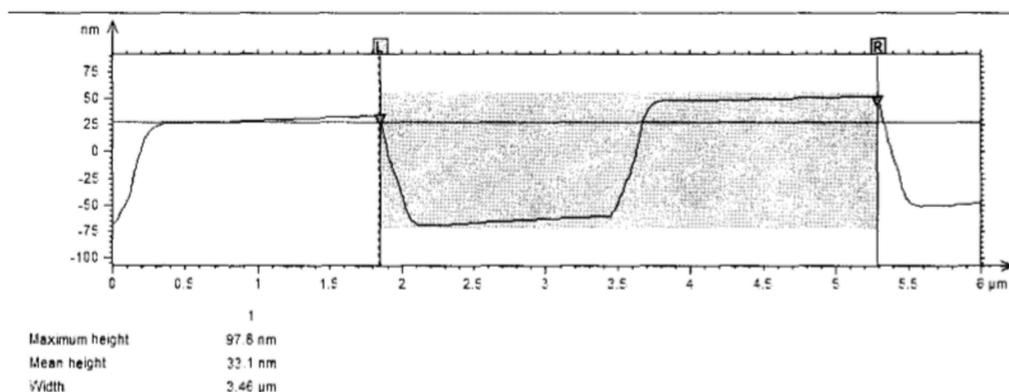


Рисунок 10 – Измерение периода меры TGZ1

8.4.1.5 Построить 5 профилей поверхности. Провести измерения периодов меры по оси X. Всего должно быть 15 измерений. Записать полученные результаты в протокол.

Для определения размеров по оси Y повернуть меру TGZ1 на 90° и повторить пункты 8.4.1.1 – 8.4.1.5.

8.4.1.6 Заменить меру TGZ1 на меру ширины и периода специальную МШПС-2.0К (далее по тексту - мера МШПС).

8.4.1.7 Повторить операции в п. 8.4.1.1 – 8.4.1.4. Построить 5 профилей меры. Провести измерения периодов меры по оси X. Всего должно быть 15 измерений. Записать полученные результаты в протокол.

Для определения размеров по оси Y повернуть меру МШПС на 90° и повторить пункты 8.4.1.1 – 8.4.1.5.

8.4.1.8 Заменить меру МШПС на объект-микрометр ОМО (далее по тексту - ОМО). ОМО должен быть расположен горизонтально для определения размеров по оси X. Повторить операции в п. 8.4.1.1 – 8.4.1.4. Построить 5 профилей шкалы ОМО. Провести измерение расстояния между соседними штрихами 15 раз.

8.4.1.9 Расположить ОМО вертикально для определения размеров по оси Y. Повторить операции в п. 8.4.1.1 – 8.4.1.4. Построить 5 профилей шкалы ОМО. Провести измерение расстояния между соседними штрихами 15 раз.

8.4.1.10 Рассчитать среднее арифметическое значение для каждого из измеренных значений для периода мер TGZ1, МШПС и расстояния между соседними штрихами ОМО по осям X и Y по формуле 1:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (1)$$

где X_i - измеренное значение величины, нм;

n – число измерений, $n = 15$.

8.4.1.11 Рассчитать случайную составляющую погрешности $S(\bar{X})$ для каждого из измеренных значений для периода мер TGZ1, МШПС и расстояния между соседними штрихами ОМО по осям X и Y по формуле 2:

$$S(\bar{X}) = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{(n-1)}} / \sqrt{n}, \quad (2)$$

где X_i - измеренное значение соответствующей величины, нм;

\bar{X} – среднее арифметическое из ряда наблюдений;

n – число измерений, $n = 15$.

8.4.1.12 Рассчитать неисключенную систематическую составляющую погрешности θ для каждого из измеренных значений для периода мер TGZ1, МШПС и расстояния между соседними штрихами ОМО по осям X и Y по формуле 3:

$$\theta = K\sqrt{\theta_{i1}^2 + \theta_{i2}^2}, \quad (3)$$

где θ_{i1} – доверительная граница неисключенной систематической погрешности определяется, как разность действительного и среднего значения для периода мер TGZ1, МШПС и расстояние между соседними штрихами ОМО соответственно;

θ_{i2} – границы i -ой систематической составляющей периода мер TGZ1, МШПС и расстояние между соседними штрихами ОМО находится в паспорте на меру TGZ1, МШПС и ОМО соответственно;

K – коэффициент, $k = 1,1$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

8.4.1.13 Рассчитать случайную составляющую погрешности измерений для каждого из измеренных значений для периода мер TGZ1, МШПС и расстояния между соседними штрихами ОМО по осям X и Y по формуле 4:

$$\varepsilon = tS(\bar{X}), \quad (4)$$

где t – квантиль нормального распределения Стьюдента, для $(n-1)=14$, где $n = 15$. $t=2,145$ по ГОСТ Р 8.736-2011.

8.4.1.14 Рассчитать суммарное среднее квадратическое отклонение для каждого из измеренных значений для периода мер TGZ1, МШПС и расстояния между соседними штрихами ОМО по осям X и Y по формуле 5:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{\theta^2}{3} + S^2(\bar{X})}, \quad (5)$$

8.4.1.15 Рассчитать коэффициент K для каждого из измеренных значений для периода мер TGZ1, МШПС и расстояния между соседними штрихами ОМО по осям X и Y по формуле 6:

$$K = \frac{\varepsilon + \theta}{S(\bar{X}) + \sqrt{\frac{\theta^2}{3}}}, \quad (6)$$

8.4.1.16 Рассчитать абсолютную погрешность измерений линейных размеров для каждого из измеренных значений для периода мер TGZ1, МШПС и расстояния между соседними штрихами ОМО по осям X и Y по формуле 7:

$$\Delta_i = KS_{\Sigma}, \quad (7)$$

8.4.1.17 Относительную погрешность измерений линейных размеров в плоскости XY рассчитать по формуле 8:

$$\Delta \% = \frac{\Delta_l}{a} \cdot 100\% \quad (8)$$

где a – действительное значение периода мер TGZ1, МШПС и расстояние между соседними штрихами ОМО, указанное в паспорте меры TGZ1, МШПС и ОМО соответственно;

8.4.1.18 За величину относительной погрешности измерений линейных размеров в плоскости ХУ принять максимальное значение относительной погрешности измерений для всех мер.

8.4.1.19 Микроскоп считается прошедшим операцию поверки, если диапазон измерений линейных размеров в плоскости ХУ составляет от 2000 до 10000 нм, а максимальное значение относительной погрешности измерений линейных размеров в плоскости ХУ не превышает $\pm 15\%$.

8.4.2 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений линейных размеров по вертикали (ось Z)

8.4.2.1 Для определения диапазона измерений и относительной погрешности измерений линейных размеров по вертикали используется комплект из двух мер периода и высоты линейных TGZ1, TGZ2 (далее по тексту - мера TGZ1 и мера TGZ2) и мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К (далее по тексту - мера МШПС).

8.4.2.2 Установите меру TGZ1 в центр предметного столика микроскопа. Проведите операции, описанные в п. 8.4.1.1 – 8.4.1.4. Построить 5 профилей меры. Провести измерения высоты ступеньки меры 5 раз.

8.4.2.3 Заменить меру TGZ1 на TGZ2. Повторить операции п. 8.4.1.1 – 8.4.1.4. Построить 5 профилей меры. Провести измерения высоты ступеньки меры 5 раз.

8.4.2.4 Заменить меру TGZ2 на меру МШПС. Повторить процедуры п. п. 8.4.1.1 – 8.4.1.4. Построить 5 профилей меры. Провести измерения высоты ступеньки меры 5 раз.

8.4.2.5 Провести обработку результатов измерений по формулам 1 – 8.

8.4.2.6 За величину относительной погрешности измерений линейных размеров принять максимальное значение относительной погрешности измерений для всех мер.

8.4.2.7 Микроскоп считается прошедшим этап поверки, если диапазон измерений линейных размеров по вертикали (ось Z) составляет от 20 до 600 нм, а максимальное значение относительной погрешности измерений линейных размеров по вертикали (ось Z) не превышает $\pm 10\%$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

9.2 Микроскоп, прошедший поверку с положительным результатом, признается годным и допускается к применению. На него выдаётся свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п. 8.4.1 и п. 8.4.2 фактических значений метрологических характеристик микроскопа 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 микроскоп допускают к эксплуатации.

9.3 Микроскоп, прошедший поверку с отрицательным результатом, признается непригодным, не допускается к применению и на него выдается извещение о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и знак поверки аннулируются 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 сектора лаборатории М-44-3
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.А. Самойленко

м.н.с. лаборатории М-44-3
ФГУП «ВНИИОФИ»



К.Н. Миньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А
к Методике поверки МП 002.М44-17
«Микроскоп атомно-силовой Keysight 5600LS»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201__ года

Средство измерений: Микроскоп атомно-силовой Keysight 5600LS
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков,

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

Зав. № _____ **№/№** _____
Заводские номера блоков

Принадлежащее: _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки: «ГСИ. Микроскоп атомно-силовой Keysight 5600LS. Методика поверки МП 002.М44-17», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 23.01.2017г.

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 +19 до +21;
- относительная влажность воздуха при 25 °С, %, не более 65;
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104;

Получены результаты метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования технической документации

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

Исполнители: _____
подписи, ФИО, должность