

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская

2016г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Эллипсометр FilmTek 2000PAR-SE

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 059.М44-16

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»
С.Н. Негода
«28» 12 2016г.

Москва
2016 г.

1 Введение

Настоящая методика распространяется на эллипсометр FilmTek 2000PAR-SE, фирмы «Scientific Computing International», США, зав.№ 140917 (далее по тексту – эллипсометр), предназначенный для измерения эллипсометрических углов Пси и Дельта многослойных тонкопленочных структур и полупроводниковых пластин.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Операции поверки

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

Таблица 1

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При первичной поверке	При периодической поверке
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик эллипсометра	8.4		
5	Определение диапазона значений эллипсометрических углов Пси и Дельта	8.4.1	Да	Да
6	Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности эллипсометрических углов Пси и Дельта	8.4.2	Да	Да
7	Оформление результатов поверки	8.4.3	Да	Да

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

2.3 Поверку средств 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 применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
2	Государственный рабочий эталон 2-го разряда единицы эллипсометрических углов в диапазоне от 0 до 90° по углу Пси и от 0 до 360° по углу Дельта в соответствии с ГОСТ 8.605-2011. Значения эллипсометрических углов на длине

	волны 632,6 нм, градус: L118WSW-100, №1108-4ECS Пси=11.60, Дельта=149.52; L118SW-2000, №1108-21ECS Пси=29.40, Дельта=274.96; Ур(Пси)=0.05÷0.1, Ур(Дельта)=0.08÷0.2
--	---

3.2 Средства поверки 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 эллипсометра с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 Эллипсометр должен устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. 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 (ПОТЭУ). Оборудование, применяемое при поверке, 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.

4.2 Система электрического питания прибора должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов. Чтобы избежать физических повреждений и/или ущерба имуществу, поставляемый шнур питания эллипсометра оборудован плавким предохранителем. Подключайте штепсель этого шнура только к заземленной электро-розетке.

4.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства пользователя эллипсометра.

4.4 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.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки, руководство по эксплуатации эллипсометра;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории;
- имеющие квалификационную группу не ниже III.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- | | |
|---|-----------|
| • температура окружающей среды, °С | 20.0-21.5 |
| • относительная влажность воздуха, не более % | 80 |
| • атмосферное давление, кПа | 84 – 107 |
| • напряжение питания сети, В | 220 |
| • частота, Гц | 50/60 |

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим, свободным от пыли, паров кислот и щелочей. Допускаемый перепад температуры в течение суток – не более 1,5 °С. В помещении не должно быть интенсивных воздушных потоков.

7 Подготовка к поверке

7.1 Эллипсометр должен устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил, вдали от окон, отопительных устройств и осветительной аппаратуры. Система электрического питания прибора должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

7.2 Изучить Руководство по эксплуатации.

7.3 Эллипсометр, а также приборы и оборудование, используемые при поверке, подготавливают к работе в соответствии с их Руководствами по эксплуатации.

7.4 Выдержать эллипсометр и вспомогательное оборудование в условиях, указанных в п. 6 настоящей Методики поверки не менее 2 часов.

7.5 Подготовить Государственный рабочий эталон 2-го разряда единицы эллипсометрических углов в диапазоне от 0 до 90° по углу Пси и от 0 до 360° по углу Дельта к работе.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре эллипсометра должно быть установлено:

- отсутствие видимых механических повреждений на металлических частях эллипсометра;
- комплектность эллипсометра должна соответствовать комплектности, указанной в Описании типа и Руководстве по эксплуатации;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистота гнезд, разъемов и клемм;
- состояние и четкость маркировок;
- состояние соединительных кабелей и подключение приборов к электрической сети и компьютеру с помощью соответствующих кабелей.

8.1.2 Эллипсометр считается прошедшим внешний осмотр, если корпус, внешние элементы, органы управления приборов не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Включить эллипсометр согласно Руководству по эксплуатации. После включения прибора источник излучения должен достигнуть состояния теплового равновесия в течение 15 минут.

8.2.2 Запустить программное обеспечение для работы с эллипсометром согласно Главе 2 Руководства по эксплуатации. Для опробования необходимы калибровочные кремниевые пластины с фиксированными толщинами оксидного слоя из состава эллипсометра. Характеристики пластин должны совпадать с указанными в программном обеспечении эллипсометра. В противном случае, осуществляется автоматическая калибровка эллипсометра с корректировкой указанных характеристик пластин (эллипсометрические углы Пси и Дельта, толщина многослойных тонкопленочных

структур) согласно Главе 12 Руководства по эксплуатации. Для этого во вкладке «AutoCalibrate Ellipsometer Recipe» необходимо выбрать рецепт для автоматической калибровки, используя окно выбора «Recipe». Затем в диалоговом окне «Ellipsometer Calibration Factors» необходимо нажать кнопку «AutoCalibrate», указать номер пластины и нажать кнопку «Continue». Появляется диалоговое окно, в котором суммируется информация по калибровке пластин (сер. № 1, 2, 3, 4, 5, 6).

8.2.3 Эллипсометр считается выдержавшим испытание, а опробование - прошедшим с положительным результатом, если прибор поддается всем регулировкам, калибровочные кремниевые пластины имеют характеристики, совпадающий с указанными в ПО эллипсометра, либо без ошибок осуществляется процедура автокалибровки эллипсометра. В противном случае, опробование считается прошедшим с отрицательным результатом, а дальнейшие операции не производятся.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: наименование программного обеспечения, идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.3.3 Эллипсометр считается прошедшими поверку, 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 (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Film Tek SE
Номер версии (идентификационный номер) ПО	87.3.3 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

8.4 Определение метрологических характеристик эллипсометра

8.4.1 Определение диапазона эллипсометрических углов Пси и Дельта

8.4.1.1 Запустить программу FilmTek™.

8.4.1.2 Из главного окна программы открыть вкладку выбора Recipe: File | Open Recipe и выбрать нужный рецепт (SiO₂). При этом необходимо после выбора или изменения рецепта измерить уровень фона. Фон может измеряться как автоматически, после инициации последовательностей карты измерений «Measure Map» или измерения пластин из кассеты «Measure Cassette», так и вручную, кликнув на «Background».

8.4.1.3 Далее необходимо поместить эллипсометрическую пластину, входящую в состав Государственного рабочего эталона 2-го разряда единицы эллипсометрических углов в диапазоне 0÷90° по углу Пси и 0÷360° по углу Дельта (регистрационный номер 3.1.ZZA.0033.2015), на столик, который автоматически продвинется к контрольной позиции чипа. Кликнуть кнопку «Measure», чтобы получить данные эллипсометрии: измеренное значение Пси, смоделированное Psi, вычисленное из исходных параметров модели, измеренное значение Дельта, смоделированное значение Дельта.

8.4.1.4 Исходные параметры модели показаны в таблице «Fitted Parameters» в столбце «Initial Values». Начальная средняя квадратическая ошибка (RMSE) показана внизу в левой части экрана. Начальный индекс рефракции показан в текстовом поле коэффициента преломления. Эллипсометр будет автоматически регулировать параметры модели, чтобы свести к минимуму различия между измеренным и смоделированным параметрами эллипсометрии.

8.4.1.5 Если опция «Auto Solve» включена, операция вычисления будет автоматически выполняться после измерения. Если опция выключена, то для приведения модели в соответствие с измеренными данными нужно кликнуть на кнопку «Solve».

8.4.1.6 Для сохранения полученных данных необходимо выбрать из меню вкладку Data | Save Data.

8.4.1.7 Изменяя в программе координаты измеряемой области пластины, меняется положение пластины в измерительной камере эллипсометра. Далее в разных точках пластины выполняется минимум 5 измерений эллипсометрических углов Пси и Дельта.

8.4.1.8 Определить среднее арифметическое значение \bar{c} из измеренных эллипсометрических углов c_i по формуле (1):

$$\bar{c} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k c_i, \quad (1)$$

где $i = 1, 2, \dots, k$ – номер измерения, $k=5$ – количество измерений. Величина \bar{c} принимается за результат измерения.

8.4.1.9 Эллипсометр считается прошедшим поверку, если полученные значения эллипсометрического угла Пси находятся в диапазоне от 0 до 90 градусов, эллипсометрического угла Дельта – в диапазоне от 0 до 360 градусов.

8.4.2 Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности эллипсометрических углов Пси и Дельта

8.4.2.1 Вычислить среднее квадратическое отклонение результата измерения эллипсометрических углов по формуле (2):

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k (c_i - \bar{c})^2}{k(k-1)}}, \quad (2)$$

8.4.2.2 Вычислить доверительные границы случайной погрешности по формуле (3):

$$\varepsilon = 2.776 \cdot \sigma, \quad (3)$$

8.4.2.3 Вычислить значение границы неисключенной систематической погрешности эллипсометра по формуле (4):

$$\theta_1 = |c_0 - \bar{c}|, \quad (4)$$

где c_0 – значение измеряемого параметра, указанное в свидетельстве о поверке (калибровке) эталонных эллипсометрических пластинок L118WSW-100, №1108-4ECS и L118SW-2000, №1108-21ECS из состава Государственного рабочего эталона 2-го разряда единицы эллипсометрических углов в диапазоне от 0 до 90° по углу Пси и от 0 до 360° по углу Дельта (регистрационный номер 3.1.ZZA.0033.2015).

8.4.2.4 Вычислить значение границы неисключенной систематической погрешности результата измерения меры по формуле (5):

$$\theta = 1,1 \cdot \sqrt{\theta_1^2 + \theta_2^2}, \quad (5)$$

где θ_1 – неисключенная систематическая погрешность эллипсометра, θ_2 – неисключенная систематическая погрешность меры, приведенная в свидетельстве о поверке (калибровке).

8.4.2.5 Вычислить пределы допускаемой абсолютной погрешности эллипсометра. В случае если $\frac{\theta}{\sigma} < 0,8$, то неисключенными систематическими погрешностями по сравнению со случайными можно пренебречь. Тогда пределы допускаемой абсолютной погрешности равны:

$$\Delta = \pm \varepsilon. \quad (6)$$

Если $\frac{\theta}{\sigma} > 8$, то случайной погрешностью по сравнению с систематической можно пренебречь. Тогда пределы допускаемой абсолютной погрешности равны:

$$\Delta = \pm \theta. \quad (7)$$

Если $0,8 \leq \frac{\theta}{\sigma} \leq 8$, то пределы допускаемой абсолютной погрешности меры равны:

$$\Delta = \pm K S_{\Sigma}, \quad (8)$$

где

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{\theta_1^2}{3} + \frac{\theta_2^2}{3} + \sigma^2}, \quad (9)$$

$$K = \frac{\varepsilon + \theta}{\sigma^2 + \sqrt{\frac{\theta_1^2}{3} + \frac{\theta_2^2}{3}}}. \quad (10)$$

8.4.2.6 Эллипсометр считается прошедшим поверку, если предел допускаемой абсолютной погрешности измерений величин эллипсометрического угла Дельта не превышает $\pm 0,3$ град, величин эллипсометрического угла Пси – $\pm 0,2$ град.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Эллипсометр, прошедший поверку с положительным результатом, признается годным и допускается к применению. На него выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.2 фактических значений метрологических характеристик и наносят знак поверки в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 г. №1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и комплекс допускают к эксплуатации.

9.2 Эллипсометр, прошедший поверку с отрицательным результатом, признается непригодным, не допускается к применению и на него выдается «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 г. №1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Начальник отделения НИО М-44
ФГУП «ВНИИОФИ»



Г.Г. Левин

Начальник лаборатории НИО М-44-2
ФГУП «ВНИИОФИ»



Г.Н. Вишняков

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ **201** года

Средство измерений: Эллипсометр FilmTek 2000PAR-SE

(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 «Эллипсометр FilmTek 2000PAR-SE.

Методика поверки МП .М44-16», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ»

« _____ » _____ 2016 г.

_____ 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 | 15 - 25 |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 80 |
| - атмосферное давление, кПа | 84 - 107 |

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации _____

_____ Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность