

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская
2013 г.

**Микроскопы полевые эмиссионные растровые электронные SIGMA,
SIGMA VP, SIGMA HD, SIGMA HD VP
Методика поверки
МП 127.Д4-13**

Москва
2013 г.

1 Введение

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на микроскопы полевые эмиссионные растровые электронные SIGMA, SIGMA VP, SIGMA HD, SIGMA HD VP (далее по тексту - микроскопы) и устанавливает порядок проведения первичной и периодической поверок.

1.2 Интервал между поверками – 6 месяцев.

2 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность выполнения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Определение эффективного диаметра электронного зонда микроскопов	8.3	Да	Да
Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерения линейных размеров	8.4	Да	Да

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

3 Средства поверки

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
8.3-8.5	Эталонная мера ширины и периода МШПС-2.0К Значение величины проекции боковой стенки (a) 400 нм; Значение ширины верхнего основания ($b_{\text{н}}$) 597 нм; Значение высоты (h) выступов в шаговой структуре меры 565 нм

3.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

4.1 К поверке микроскопов допускаются лица, изучившие техническую документацию на средства поверки и настоящую методику поверки.

5 Требования безопасности

5.1 При поверке микроскопов необходимо соблюдать требования электробезопасности, указанные в «Правилах технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей»; ПОТ РМ-016–2001 РД 153.34.0-03.150–03 «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации

электроустановок» и требования по обеспечению безопасности на рабочих местах по ГОСТ 12.2.061-81.

6 Условия поверки

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

температура окружающего воздуха, °С..... 20 ± 3 ;
 относительная влажность, %, не более.....80;
 атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.)..... 100 ± 4 .

7 Подготовка к поверке

7.1 Помещение, где размещен микроскоп и средства поверки, должно быть в эксплуатируемом состоянии и обеспечивать класс чистоты в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации.

7.2 Подготовка к поверке микроскопов включает в себя выполнение следующих работ:

- используют рельефную меру нанометрового диапазона с трапецидальным профилем элементов (далее - рельефная мера), линейные размеры и материал для изготовления которой соответствуют требованиям ГОСТ Р 8.628-2007. Рельефная мера должна быть поверена по ГОСТ Р 8.629-2007. В качестве исследуемого элемента используют выступ, для которого в паспорте (формуляре) на меру приведено значение проекции боковой грани на плоскость нижнего основания a . В зависимости от значения ожидаемого эффективного диаметра электронного зонда РЭМ d используют рельефную меру, для которой:

$$a/d \geq 1,5; \quad (1)$$

- выбранный экземпляр рельефной меры выдерживают в помещении, где будут проведены испытания микроскопов, не менее 24 ч;

- проводят проверку соответствия комплекта поставки рельефной меры данным, приведенным в паспорте (формуляре) на рельефную меру;

- проводят осмотр футляра, в котором осуществлялось хранение и, транспортирование рельефной меры, на отсутствие механических повреждений;

- извлекают рельефную меру из футляра и осматривают ее 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 Выполняют операции, необходимые для подготовки микроскопа к работе, в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации.

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;

- отсутствие механических повреждений всех составных частей микроскопа;

- отсутствие механических повреждений соединительных кабелей и сетевых разъемов;

- наличие маркировки на микроскопе и ее соответствие данным, приведенным в руководстве по эксплуатации.

8.1.2 Микроскоп считается прошедшим поверку, если отсутствуют внешние повреждения.

8.2 Опробование

8.2.1 Рельефную меру устанавливают на рабочий стол микроскопа, подлежащего проверке.

8.2.2 В соответствии с требованиями руководства по эксплуатации микроскопа проводят подготовительные операции для дальнейшей работы, поочередной запуск всех систем микроскопа.

8.2.3 При опробовании микроскопов проверяется фактическая работа всех систем электронных микроскопов, проверка осуществляется с помощью ПО микроскопов, снятием показаний всех датчиков, поочередным запуском всех систем):

- системы создания высокого вакуума в колонне микроскопов;
- системы создания стабилизированного ускоряющего напряжения, проверяется в диапазоне от 100 В до 30 кВ;
- системы непосредственного формирования электронно-микроскопических изображений, при этом в обязательном порядке проверяется работа всех имеющихся в комплекте микроскопов детекторов;
- устройства вакуумного шлюзования и всей системы смены препаратов, в обязательном порядке проверяется работа вспомогательной ИК телекамеры, позволяющей контролировать установку препаратов в микроскопы;
- системы механического перемещения препарата на микроскопические расстояния, в обязательном порядке проверяется работа системы механических вращений препарата внутри микроскопов;
- системы цифровой записи формируемых электронно-микроскопических изображений, а также системы выведения на экран основных параметров работы микроскопов (масштаб, ускоряющее напряжение и др.).

8.2.4 Идентификация программного обеспечения, уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных изменений и преднамеренных изменений и оценка влияния на метрологические характеристики средства измерений.

8.2.4.1 При проведении опробования проверяются идентификационные данные программного обеспечения.

8.2.4.2 Микроскопы признаются прошедшим проверку, если идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части программного обеспечения соответствуют указанным в описании типа, см. таблицу 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SmartSEM
Номер версии (идентификационный номер) ПО	5.06
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	7B1EE57BEE2FF0614EF5F8822FB71632
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5

8.2.5 Микроскопы считаются прошедшим опробование, если результаты опробования положительны.

8.3 Определение эффективного диаметра электронного зонда микроскопов

8.3.2 Для определения эффективного диаметра электронного зонда микроскопов сначала необходимо рассчитать масштабный коэффициент видеозображения микроскопов. Для этого измеряют расстояние в направлении сканирования в пикселях между контрольными точками, которое не зависит от эффективного диаметра электронного зонда при выполнении условия по 7.1. Измерения проводят минимум 5 раз в одном направлении, после этого вычисляется среднее значение. Расположение контрольных точек 1-4 на видеопрофиле информативного сигнала приведено на рисунке 1. Диапазон проводимых измерений находится в интервале от 400 до 20000 нм.

Ординату контрольной точки 1 вычисляют как полусумму ординат точек первого и второго изломов в направлении сканирования $0,5 H_1$ пиксель.

Ординату контрольной точки 2 вычисляют как полусумму ординат точек третьего и четвертого изломов в направлении сканирования $0,5 H_2$ пиксель.

Ординату контрольной точки 3 вычисляют как полусумму ординат точек пятого и шестого изломов в направлении сканирования $0,5 H_2$ пиксель.

Ординату контрольной точки 4 вычисляют как полусумму ординат точек седьмого и восьмого изломов в направлении сканирования $0,5 H^{\wedge}$ пиксель.

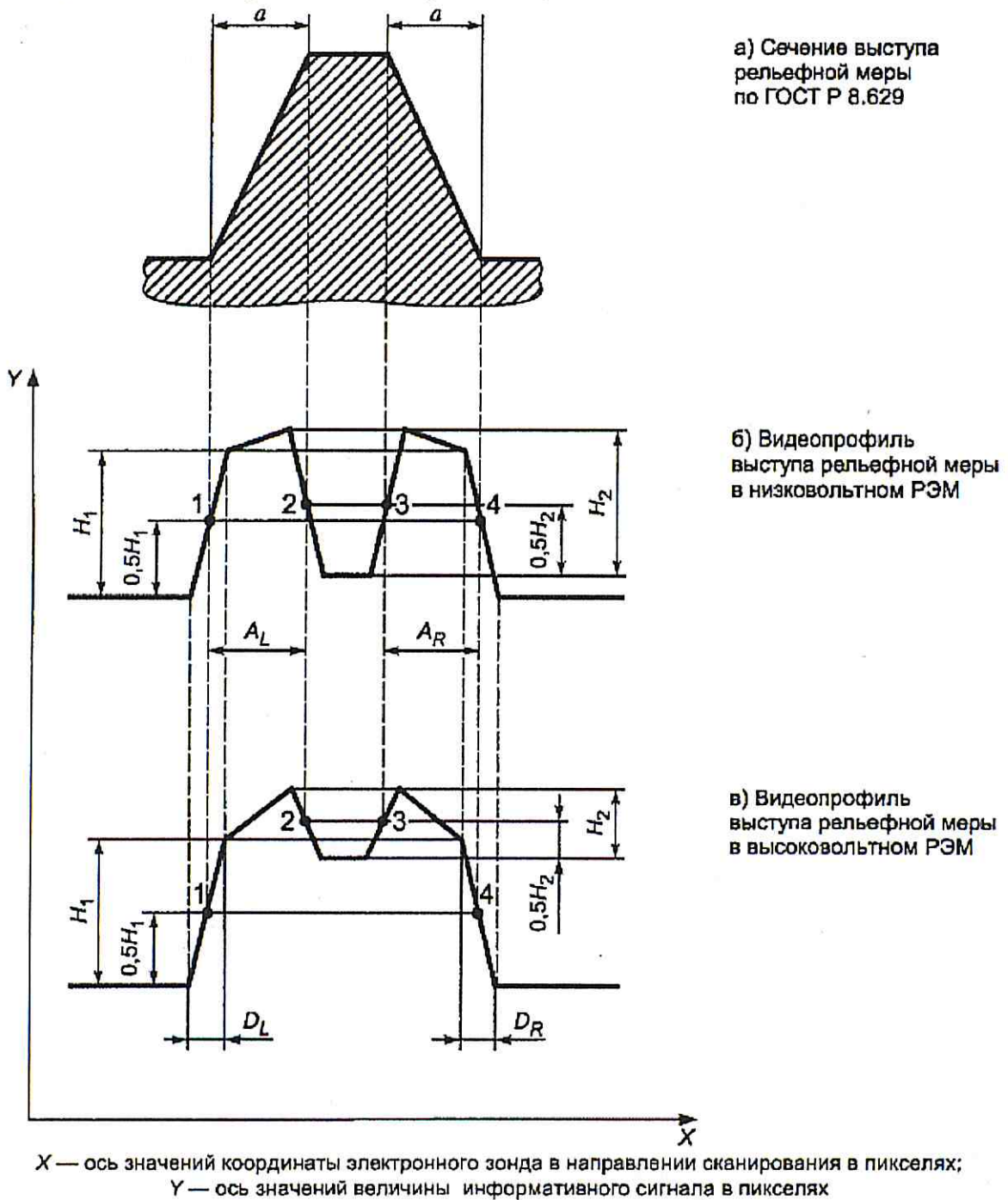


Рисунок 1 - Сечение выступа рельефной меры и его видеопрофили, полученные с помощью микроскопов различных типов.

8.3.3 По вычисленным значениям ординат определяют соответствующие им значения абсцисс контрольных точек 1-4.

8.3.4 Значения вспомогательных отрезков для низковольтных или высоковольтных микроскопов определяют по значениям абсцисс контрольных точек, вычисленных по 8.3.2:

A_L, A_R — разность значений абсцисс второй и первой контрольных точек и четвертой и третьей контрольных точек соответственно в пикселях;

D_L, D_R — разность значений абсцисс второго и первого изломов и восьмого и седьмого изломов на видеопрофиле соответственно в пикселях.

8.3.5 Масштабный коэффициент видеоизображения m , нм/пиксель, вычисляют по формуле 2:

$$m = \frac{2a}{A_L + A_R} \quad (2)$$

где a — значение проекции наклонной стенки выступа, приведенное в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм; A_L, A_R - расстояния между контрольными точками, вычисленные по 8.3.4, пиксель.

8.3.6 Рассчитанный масштабный коэффициент не должен превышать 10 нм/пиксель.

8.3.7 Эффективный диаметр электронного зонда РЭМ d , нм, вычисляют по формуле 3:

$$d = \frac{m(D_L + L_R)}{2} \quad (3)$$

где m — масштабный коэффициент видеоизображения, вычисленный по 8.3.5, нм/пиксель; D_L, D_R — расстояния между контрольными точками, вычисленные по 8.3.4, пиксель.

8.3.8 Микроскопы считаются прошедшими поверку, если значение эффективного диаметра зонда не превышает 150 нм.

8.4 Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерения линейных размеров

8.4.1 Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерения ширины верхнего основания выступа микроскопов проводят в соответствии с пунктом 8.3.2. Для этого находят разность между ординатой контрольной точки 3 и ординатой контрольной точки 2.

8.4.2 Расчет предела допускаемой абсолютной погрешности измерения продольных параметров осуществляется по формуле 5:

$$\Delta l = \pm (4 + 0,05L^1) \quad (4)$$

где L^1 — линейный размер объекта, нм

8.4.3 Микроскопы считаются прошедшими поверку, если пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения линейных размеров не более ± 34 нм при масштабном коэффициенте $a=1,97$ нм/пиксель.

8.4.4 Результаты поверки заносятся в протокол (приложение 1).


8.5 Обработка и оформление результатов поверки

8.5.1 Результаты поверки заносят в протокол (приложение 1), который хранятся в организации, проводившей поверку.

8.5.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006-94 или ставят оттиск поверительного клейма в руководстве по эксплуатации в соответствии с ПР 50.2.007–2001.


8.5.3 При отрицательных результатах поверки аннулируют свидетельство о поверке и выдают извещение о непригодности средства измерения к дальнейшей эксплуатации в соответствии с ПР 50.2.006-94.

Начальник отдела Д-4
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Начальник лаборатории М-1
ФГУП «ВНИИОФИ»



В.Л. Лясковский

Руководитель группы испытаний СИ
ФГУП «ВНИИОФИ»



Т.Н. Ссышных

Инженер лаборатории М-1
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.Е. Кожохин

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
к Методике поверки № МП 127.Д4-13
«Микроскопы полевые эмиссионные растровые
электронные SIGMA, SIGMA VP, SIGMA HD, SIGMA HD VP»

ПРОТОКОЛ

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

Средство измерений: Микроскопы полевые эмиссионные растровые электронные SIGMA, SIGMA VP, SIGMA HD, SIGMA HD VP

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 МП 127.Д4-13 утвержденной ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИОФИ» 23.12. 2013г.

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..... 20 ± 5 ;
- относительная влажность, %, не более.....85;
- атмосферное давление, кПа $101,3 \pm 4$

Получены результаты метрологических характеристик

Характеристика	Результат	Требования технической документации

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

Исполнители: _____
_____ подписи, ФИО, должность