

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Уральский научно-исследовательский институт метрологии
- филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский
научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

И.о директора УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.Л. Собина

2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**ИЗМЕРИТЕЛИ УДЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ
ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ ВИК-УЭС**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 14-223-2021

Екатеринбург
2021 г.

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Заведующий лабораторией 223 Собина А.В., ведущий инженер лаборатории 223 Герасимова Н.Л.

3 СОГЛАСОВАНА

И.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2021 г.

Содержание

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки	5
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8 Внешний осмотр средства измерений	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
13 Оформление результатов поверки	10

<u>Государственная система обеспечения единства измерений.</u> <u>Измерители удельного электрического сопротивления</u> <u>полупроводниковых материалов ВИК-УЭС.</u> <u>Методика поверки</u>	МП 14-223-2021
---	----------------

Дата введения в действие « ___ » _____ 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на измерители удельного электрического сопротивления полупроводниковых материалов ВИК-УЭС (далее – измерители ВИК-УЭС), изготавливаемые Обществом с ограниченной ответственностью «Разработка и изготовление измерительных систем (ООО «РИИС»)), и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Измерители ВИК-УЭС предназначены для измерений удельного электрического сопротивления (УЭС) полупроводниковых материалов четырехзондовым методом с линейным расположением зондов.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость измерителей ВИК-УЭС к Государственному первичному эталону электрического сопротивления (ГЭТ 14-2014) в соответствии с Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 30 декабря 2019 г. № 3456 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений электрического сопротивления постоянного и переменного тока», Государственному первичному эталону единицы длины – метра (ГЭТ 2-2010) в соответствии с Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.12.2018 № 2840 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм».

1.3 Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 30 декабря 2019 г. № 3456 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений электрического сопротивления постоянного и переменного тока»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 декабря 2018 г. № 2840 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм»

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г.

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

ГОСТ 12.3.019-80 Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности.

ГОСТ Р 8.736-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

Примечание – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке измерителей ВИК-УЭС должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Проверка метрологических характеристик средства измерений: - проверка относительной погрешности измерений УЭС - подтверждение диапазона измерений УЭС	11	да	да
	11.1	да	да
	11.2	да	да
Проверка относительного отклонения расстояний между линейно расположенными зондами четырехзондовой головки от номинальных значений	11.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, указанных в таблице 1, проводится настройка измерителя ВИК-УЭС в соответствии с руководством по эксплуатации. В дальнейшем необходимые операции повторяют вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, измеритель бракуется, и выполняются операции по п.13 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки измерителя ВИК-УЭС должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 23±5;
- относительная влажность воздуха, % не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке измерителя ВИК-УЭС допускаются специалисты, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, имеющие вторую

квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ измерителя ВИК-УЭС.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки измерителей ВИК-УЭС применяют оборудование согласно таблицы 2.

Т а б л и ц а 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
Стандартные образцы удельного электрического сопротивления кремния монокристаллического (набор СО УНИИМ УЭС-К-30), ГСО 11471-2012/ГСО 11482-2019	УЭС в диапазоне от 0,006 до 140 Ом·см, ПГО $\pm 2\%$ ($P=0,95$)
Катушки электрического сопротивления Р331 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 1162-58), пригодных к применению в качестве эталона 3 разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений электрического сопротивления постоянного и переменного тока, утвержденной Приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3456	Номинальные значения сопротивления 1000, 10000, 100000 Ом, нестабильность сопротивления за год не более $\pm 0,002\%$, предел допускаемой относительной погрешности определения действительного значения сопротивления 0,001 %.
Микроскоп инструментальный ИМЦ 150х50Б (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 4184-83), пригодный к применению в качестве эталона 4 разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм», утвержденной Приказом Росстандарта от 29.12.2018 № 2840	Диапазон измерений от 0 до 150 мм, абсолютная погрешность не более $\pm (0,5+5 \cdot l)$ мкм, где l –длина.
Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11)	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4

6.2 Эталоны, применяемые для поверки измерителей ВИК-УЭС должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа, или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа. Средства измерений должны быть поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы электрического сопротивления поверяемому измерителю.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки измерителей ВИК-УЭС должны быть соблюдены требования Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.3.019, а также условия по обеспечению безопасности, изложенные в РЭ измерителей ВИК-УЭС.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре поверяемого измерителя ВИК-УЭС необходимо установить:

- соответствие внешнего вида измерителя ВИК-УЭС сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений измерителя и всех ее составных частей, соединительных кабелей и сетевых разъемов;
- соответствие комплектности измерителя, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки измерителя.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре измерителя ВИК-УЭС выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовить измеритель ВИК-УЭС к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Включить измеритель ВИК-УЭС и все его составные части.

9.3 Проверить работоспособность органов управления и регулировки измерителя ВИК-УЭС в соответствии с РЭ.

Убедиться, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие, заданному режиму, высвечиваются на мониторе управляющего компьютера измерителя ВИК-УЭС.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения поверяемого измерителя ВИК-УЭС, указанных в описании типа.

10.2 Идентификационные данные ПО поверяемого измерителя ВИК-УЭС должны соответствовать данным, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения (ПО)

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ПО измерителя удельного электросопротивления ВИК УЭС
Идентификационное наименование основного модуля интерфейса ПО	rometr.exe
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.122
Цифровой идентификатор ПО	-
Идентификационное наименование модуля получения и обработки данных	C:\rometr\rodrv.dll
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.122
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Проверка метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка относительной погрешности измерений УЭС

11.1.1 Проверку относительной погрешности измерений УЭС проводят с использованием:

- стандартных образцов удельного электрического сопротивления кремния монокристаллического (набор СО УНИИМ УЭС-К-30), ГСО 11471-2012/ГСО 11482-2019 (в диапазоне УЭС от 0,01 до 140 Ом·см);

- катушек электрического сопротивления Р331 с номинальными значениями сопротивления 1000, 10000, 100000 Ом (в диапазоне от 140 до 85000 Ом·см).

11.1.2 Выбирают не менее трех СО с аттестованными значениями УЭС, соответствующими началу, середине и концу диапазона измерений УЭС от 0,01 до 140 Ом·см. В диапазоне от 140 до 85000 Ом·см используют три катушки электрического сопротивления Р331.

11.1.3 В соответствии с требованиями «Руководства по эксплуатации» и «Руководства пользователя ПО» измеряют:

- УЭС СО;
- сопротивление катушек.

11.1.4 Выполняют по пять параллельных измерений параметра: УЭС (сопротивления).

11.2 Подтверждение диапазона измерений УЭС

11.2.1 Подтверждение диапазона измерений УЭС измерителем ВИК-УЭС проводят одновременно с определением относительной погрешности измерений УЭС по 11.1 настоящей методики поверки.

11.2.2 Устанавливают факт измерения УЭС каждого выбранного СО (катушки сопротивления) и соответствующее ему значение относительной погрешности измерений УЭС в пределах нормированного значения, указанного в разделе 12. Значение относительной погрешности измерений УЭС при этом рассчитывают согласно 12.1 настоящей методики поверки.

11.3 Проверка относительного отклонения расстояний между линейно расположенными зондами четырехзондовой головки от номинальных значений

11.3.1 Проверку относительного отклонения расстояний между линейно расположенными зондами четырехзондовой головки (устройства зондового) от номинальных значений проводят с помощью микроскопа ИМЦ 150х50 Б.

11.3.2 Измеряют три расстояния между зондами:

- между первым и вторым зондом – l_1 , мм;
- между вторым и третьим зондом – l_2 , мм;
- между третьим и четвертым зондом – l_3 , мм.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для определения относительной погрешности измерений УЭС оценивают случайную и систематическую составляющие относительной погрешности измерений УЭС i -го СО (катушки).

Для каждого цикла измерений, проведенных по 11.1, рассчитывают среднее арифметическое значение УЭС (сопротивления) по формуле

$$\bar{X}_i = \frac{\sum_{j=1}^n X_{ij}}{n}, \quad (1)$$

где X_{ij} - результат j -го измерения УЭС (сопротивления) i -того СО (катушки), Ом·см (Ом);

n - число измерений, $n=5$.

П р и м е ч а н и е - Измеренное сопротивление катушки предварительно пересчитывают в удельное электрическое сопротивление с учетом межзондового расстояния по формуле

$$\rho = 2 \cdot \pi \cdot l \cdot R, \quad (2)$$

где R - измеренное сопротивление катушки, Ом;

l - номинальное межзондовое расстояние (0,13), см;

π - константа, равная 3,14159.

По результатам n измерений параметра i -того СО (катушки) рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) среднего арифметического (оценки измеряемой величины) по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}. \quad (3)$$

За оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений УЭС (сопротивления) i -того СО (катушки) принимают относительное СКО случайной составляющей погрешности $-S_{ri}$, %, рассчитанное по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{X}_i} \cdot 100. \quad (4)$$

Для оценки систематической составляющей относительной погрешности измерений УЭС i -го СО рассчитывают относительное значение модуля разности (смещение) между средним измеренным значением УЭС i -го СО \bar{X}_i , и аттестованным значением УЭС, приведенным в паспорте СО A_i по формуле

$$\delta_{\Delta i} = \frac{|\bar{X}_i - A_i|}{A_i} \cdot 100. \quad (5)$$

П р и м е ч а н и е - При использовании катушек относительное значение смещения рассчитывают по формуле, аналогичной формуле (5), используя среднее измеренное значение сопротивления i -той катушки \bar{X}_i , Ом, и значение сопротивления, приведенное в паспорте i -той катушки A_i , Ом.

За оценку относительной систематической составляющей погрешности измерений УЭС i -го СО принимают значение, рассчитанное по формуле

$$\delta_{Ci} = \pm(|\delta_{\Delta i}| + |\delta_{Ai}|), \quad (6)$$

• За оценку относительной систематической составляющей погрешности измерений УЭС i -ой катушки принимают значение, рассчитанное по формуле

$$\delta_{Ci} = \pm k \sqrt{\delta_{\Delta i}^2 + \delta_i^2 + \delta_{Ai}^2 + \delta_{нест.i}^2}, \quad (7)$$

где k – коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью, числом составляющих и их соотношением между собой (при $P=0,95$ $k=1,1$);

δ_i – пределы допускаемого относительного отклонения расстояний между линейно расположенными зондами четырехзондовой головки от паспортных значений, % (согласно эксплуатационной документации ± 1 %);

δ_{Ai} – относительное значение погрешности аттестованного значения i -го СО (предела допускаемой относительной погрешности определения действительного значения сопротивления i -той катушки), %;

$\delta_{нест.i}$ – нестабильность сопротивления i -той катушки за год, %.

П р и м е ч а н и е – Значение предела допускаемой относительной погрешности определения действительного значения сопротивления и нестабильности сопротивления – 0,001 % и 0,002 % соответственно (согласно ГПС для средств измерений электрического сопротивления постоянного и переменного тока, утвержденной Приказом Росстандарта от 30.12.2019 г. № 3456).

Оценку относительной погрешности измерений УЭС i -го СО (катушки) проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736.

Относительную погрешность измерений УЭС i -го СО (катушки) рассчитывают по формуле

$$\delta_i = \pm K_i \cdot S_{\Sigma i}, \quad (8)$$

где K_i – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

$S_{\Sigma i}$ – оценка суммарного СКО результата измерения.

Суммарное среднее квадратическое отклонение $S_{\Sigma i}$ оценки измеряемой величины рассчитывают по формулам

$$\text{- при использовании } i\text{-го СО} \quad S_{\Sigma i} = \sqrt{(S_{ri})^2 + \frac{\delta_{Ci}^2}{3}}, \quad (9)$$

$$\text{- при использовании } i\text{-той катушки} \quad S_{\Sigma i} = \sqrt{(S_{ri})^2 + \frac{\delta_{Ci}^2}{k^2 \cdot 3}}. \quad (10)$$

Коэффициент K_i рассчитывают по формулам

$$\text{- при использовании } i\text{-го СО} \quad K_i = \frac{t \cdot S_{ri} + \delta_{Ci}}{S_{ri} + \frac{\delta_{Ci}}{\sqrt{3}}}, \quad (11)$$

- при использовании i -той катушки

$$K_i = \frac{t \cdot S_{ri} + \delta_{Ci}}{S_{ri} + \frac{\delta_{Ci}}{k \cdot \sqrt{3}}}, \quad (12)$$

где t – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности $P=0,95$ в зависимости от числа измерений n находят по таблице, приведенной в ГОСТ Р 8.736, ($t(n=5; P=0,95)=2,776$).

12.2 Диапазон измерений должен соответствовать приведенному в таблице 4. Полученные значения относительной погрешности измерений УЭС для всех используемых СО и катушек не должны превышать значения, приведенного в таблице 4.

12.3 Относительное отклонение i -го расстояния между рядом стоящими зондами четырехзондовой головки (устройства зондового) от номинальных значений рассчитывают по формуле

$$\delta_{li} = \frac{l_{измi} - l_{ном}}{l_{ном}} \cdot 100, \quad (13)$$

где $l_{измi}$ - результат измерений i -го межзондового расстояния, мм;

$l_{номi}$ - номинальное межзондовое расстояние, мм (1,3 мм).

Полученные значения относительного отклонения не должны превышать значения, приведенного в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 – Нормированные значения метрологических и технических характеристик

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений удельного электрического сопротивления, Ом·см	от 0,01 до 85 000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений УЭС, %	±5
Пределы допускаемого относительного отклонения расстояний между линейно расположенными зондами четырехзондовой головки от номинальных значений (1,3 мм), %	±1

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки. Знак поверки наносится на заднюю стенку электронного блока измерителя ВИК-УЭС.

13.3 В случае отрицательных результатов поверки поверяемый измеритель признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства

измерений и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующим на момент проведения поверки порядком.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Разработчики:

Зав. лабораторией 223 УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



А.В. Собина

Ведущий инженер лаб.223 УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Н.Л. Герасимова