

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

"15 марта 2015 г."

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**Спектрометр рентгеновский фотоэлектронный**

**RHI 5000 VersaProbe**

**Методика поверки**

**МП 6-251-2015**

н.р. 60760-15

Екатеринбург

2015

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ к.х.н., Собина Е.П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА зам. директора ФГУП «УНИИМ» в 2015 г.**

# СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ .....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....</b>	<b>5</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ .....</b>	<b>5</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ .....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>6</b>
8.1	ВНЕШНИЙ ОСМОТР .....	6
8.2	ОПРОБОВАНИЕ .....	6
8.3	ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК .....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>9</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А .....</b>	<b>10</b>

**Государственная система обеспечения единства измерений.**

**Спектрометр рентгеновский фотоэлектронный PHI 5000 VersaProbe.**

**Методика поверки**

**МП 6-251-2015**

**Дата введения в действие: 2015 г**

## **1      Область применения**

Настоящая методика поверки распространяется спектрометр рентгеновский фотоэлектронный PHI 5000 VersaProbe (далее – спектрометр) производства фирмы «ULVAC PHI, INC.» (Япония) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Проверка спектрометра должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

## **2      Нормативные ссылки**

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ПР 50.2.006–94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ПОТ РМ-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00 «Межотраслевые правила по охране труда (Правила безопасности) при эксплуатации электроустановок».

## **3      Операции поверки**

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

**Таблица 1 Операции поверки**

Наименование операции	Номер пункта методики по-верки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	-	-

## Продолжение таблицы 1

3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений энергии связи	8.3.2	да	да
3.3 Проверка разрешения энергии связи (полная ширина линии на половине высоты) на линии золота Au 4f <sub>7/2</sub> при ширине энергетического окна 2,95 эВ	8.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазона измерений энергии связи	8.3.4	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, выполняются операции по настройке спектрометра в соответствии с РЭ и поверка спектрометра повторяется. В случае повторного невыполнения требований, поверка прекращается и спектрометр бракуется.

## 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства:

- металлические тонкие пленки:

Марка металлической тонкой пленки	Параметры металлической тонкой пленки	Массовая доля основного компонента в металлической тонкой пленке, %, не менее
Серебро (Ср 99,9) ГОСТ 6836-2002	Толщина, мм, 0,025 Размеры, мм, 20×20	99,9
Золото (Зл 99,9) ГОСТ 6835-2002	Толщина, мм, 0,025 Размеры, мм, 25×25	99,9
Медь (M0к) ГОСТ 859-2001	Толщина, мм, 0,025 Размеры, мм, 20×20	99,9

- база данных рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии Национального института стандартов и технологий NIST, США. (<http://srdata.nist.gov/xps/>).

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений, в том числе металлические тонкие пленки компании Alfa Aesar (Великобритания), входящие в комплект поставки спектрометра.

## 5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0, ПОТ РМ-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00 Межотраслевые правила по охране труда (Правила безопасности) при эксплуатации электроустановок.

## **6 Условия поверки и подготовки к ней**

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C	20 ± 5
- относительная влажность при +25 °C, %, не более	70
- напряжение питания, В	380 ± 10 %
- частота напряжения, Гц	50

6.2 Спектрометр устанавливается вдали от источников магнитных и электрических полей.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

## **8 Проведение поверки**

### **8.1 Внешний осмотр**

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

### **8.2 Опробование**

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра с помощью встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО спектрометра. Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при запуске ПО путем вывода на экран номера версии. Первые цифры в номере версии ПО установки должны соответствовать приведенным в таблице 2.

**Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения**

<b>Идентификационные данные</b>	<b>Значение</b>
Идентификационное наименование ПО	PHI SUMMIT XPS for Versa Probe
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.4.1.6
Цифровой идентификатор ПО	44BF05B94F311A4DC9735E006BB4A186
Другие идентификационные данные	Md5

### 8.3 Проверка метрологических характеристик

#### 8.3.1 Проверку относительного среднего квадратического отклонения (далее - СКО) выходного сигнала

Проверку относительного СКО выходного сигнала провести с использованием металлических тонких пленок производства компании Alfa Aesar, Великобритания, которые входят в комплект поставки, характеристики которых представлены в п. 4.1 настоящей методики поверки.

Провести не менее 3 измерений выходного сигнала спектрометра в виде значений энергетического положения линий элемента на одном из образцов металлической тонкой пленки.

Относительное СКО выходного сигнала рассчитать по формулам:

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

$$S_{ij} = \frac{100}{\bar{X}_i} \sqrt{\frac{\sum (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где  $\bar{X}_i$  - среднеарифметическое значение энергетического положения линий элемента в  $i$ -м образце, эВ;

$X_{ij}$  - результат  $j$ -го измерения энергетического положения линий элемента в  $i$ -м образце, эВ;

$n$  - число результатов измерений.

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

#### 8.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений энергии связи

Проверку абсолютной погрешности измерений энергии связи провести при помощи металлических тонких пленок, входящих в комплект поставки спектрометра путем определения отклонения энергетического положения линии каждого из образцов на определенном электронном уровне ( $\text{Cu } 2p_{3/2}$ ,  $\text{Ag } 3d_{5/2}$ ,  $\text{Au } 4f_{7/2}$ ), используя справочные данные международной базы NIST. Справочные данные энергии связи в металлических образцах золота, серебра и меди представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Справочные данные энергетических линий фотоэлектронных спектров золота, серебра и меди

Наименование элемента	Фотоэлектронная линия	Значение энергии связи, эВ
Золото (Au)	$4f_{7/2}$	84,0
Серебро (Ag)	$3d_{5/2}$	368,30
Медь (Cu)	$2p_{3/2}$	932,66

Получить не менее пяти измерений величины энергетического положения линий Cu 2p<sub>3/2</sub>, Ag 3d<sub>5/2</sub>, Au 4f<sub>7/2</sub> на спектрометре.

Абсолютную погрешность измерений энергии связи рассчитать по формуле

$$\Delta = X_i - A_i, \quad (3)$$

где  $X_i$  - результат измерений энергии связи, полученный на спектрометре, эВ;

$A_i$  - справочное значение энергии связи, эВ.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений энергий связи должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.3 Проверка разрешения энергии связи (полнейшей ширины линии на половине высоты) на линии золота Au 4f<sub>7/2</sub>

Получить не менее пяти изображений энергетических спектров линии золота Au 4f<sub>7/2</sub> при ширине энергетического окна 2,95 эВ.

С помощью программно-аппаратных средств спектрометра определяют значение разрешения энергии связи (полнейшей ширины линии на половине высоты) на линии золота Au 4f<sub>7/2</sub> как площадь пика соответствующего значению энергии связи на линии золота Au 4f<sub>7/2</sub>, принимая форму пика за треугольник по формуле

$$S = h \cdot a, \quad (4)$$

где  $h$  - высота пика, соответствующая отрезку от базовой линии до вершины пика, ед.;  
 $a$  - ширина пика, измеренная на расстоянии, равном  $\frac{1}{2}$  его высоты, эВ.

Полученные значения разрешения энергии связи (полнейшей ширины линии на половине высоты) на линии золота Au 4f<sub>7/2</sub> должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.4 Проверка диапазона измерений энергии связи

Проверку диапазона измерений энергии связи провести одновременно с определением погрешности по 8.3.2 настоящей методики поверки.

За диапазон измерений спектрометра принимают диапазон измерений энергии связи, приведенный в таблице 4, если полученные значения погрешностей удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристик	Значения характеристик
Диапазон регистрируемых элементов	От Be до Bi
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	10
Диапазон измерений энергии связи, эВ	от 20 до 1400
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений энергии связи, эВ	±1,0
Разрешение энергии связи (полная ширина линии на половине высоты) на линии золота Au 4f <sub>7/2</sub> при ширине энергетического окна 2,95 эВ, эВ, не более	0,61

## 9        Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр признается непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Разработчик:

Зав. лаб.251, к.х.н. ФГУП «УНИИМ»

Е.П. Собина

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
 (обязательное)  
**ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**  
**ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

Спектрометра рентгеновского фотоэлектронного PHI 5000 VersaProbe, зав № 76  
 Документ на поверку: МП 6-251-2015 «ГСИ. Спектрометр рентгеновский фотоэлектронный PHI 5000 VersaProbe. Методика поверки».

**Информация об использованных средствах поверки:**

**Условия проведения поверки:**

- температура окружающего воздуха, °C \_\_\_\_\_
- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

Результаты опробования \_\_\_\_\_

**Проверка метрологических характеристик**

Таблица А.1 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений энергии связи

№ п/п	Наименование измеряемого элемента	Результаты измерений энергии связи элемента, эВ			Абсолютная погреш- ность измерений энергии связи, эВ	Разрешение энергии связи (полная шири- на линии на полу- вине высоты) на линии золота Au 4f <sub>7/2</sub> , эВ
1			...			
			...			
			...			
			...			
			...			
			...			
2			...			
			...			
			...			
			...			
			...			
			...			
3			...			
			...			
			...			
			...			
			...			
			...			

Диапазон измерений энергии связи от \_\_\_\_\_ эВ до \_\_\_\_\_ эВ

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)  
 от « \_\_\_\_ » 20 \_\_\_\_ г, № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
 Подпись \_\_\_\_\_ (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_