

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ АО «НИЦПВ»



А.Ю.Кузин

2015 г.

**Микроскоп электронный сканирующий Verios 460 XHR SEM
с системами для энергодисперсионного микроанализа и
анализа обратно-рассеянных электронов
фирмы FEI Company, США**

Методика поверки

ГР 62122-15

Москва
2015

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на микроскоп электронный сканирующий Verios 460 XHR SEM с системами для энергодисперсионного микроанализа и анализа обратно рассеянных электронов, заводской номер 9923332, фирмы FEI Company, США (далее – микроскоп), предназначенный для измерений линейных размеров элементов микро-рельефа, электроннозондового рентгеноспектрального микроанализа и регистрации и анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 9038-90 Меры длины концевые плоскопараллельные. Технические условия.

ГОСТ Р 8.628-2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления.

ГОСТ 17022-81. Графит. Типы, марки и общие технические требования.

ГОСТ 859-2001. Медь. Марки.

ГОСТ 6008-90. Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия.

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

ГСССД МЭ 222 – 2014. Методика экспериментально-расчетного определения рентгеноспектральных характеристик контрольных образцов (образцов сравнения) для калибровки рентгеновских спектрометров.

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

3.1 Кривая набегания - зависимость величины видеосигнала от положения электронного зонда вдоль линии, пересекающей границу зерна на электронно-микроскопическом изображении (см. рисунок 1а).

3.2 Пространственное разрешение [по документации фирмы FEI Company] - разность между абсциссами точек пересечения кривой набегания и линий, соответствующих принятому верхнему значению порога контраста (65% от максимальной интенсивности данного видеосигнала) и принятому нижнему значению порога контраста (35% от максимальной интенсивности данного видеосигнала), см. рис.1б.

Примечание: программное обеспечение микроскопа содержит специальную утилиту для вычисления значения пространственного разрешения в соответствии с приведенным определением (image.exe). Данная утилита вычисляет в соответствии с приведенным определением пространственное разрешение вдоль нескольких линий, пересекающих границу зерна (рисунок 1а), в качестве результата принимается среднее значение.

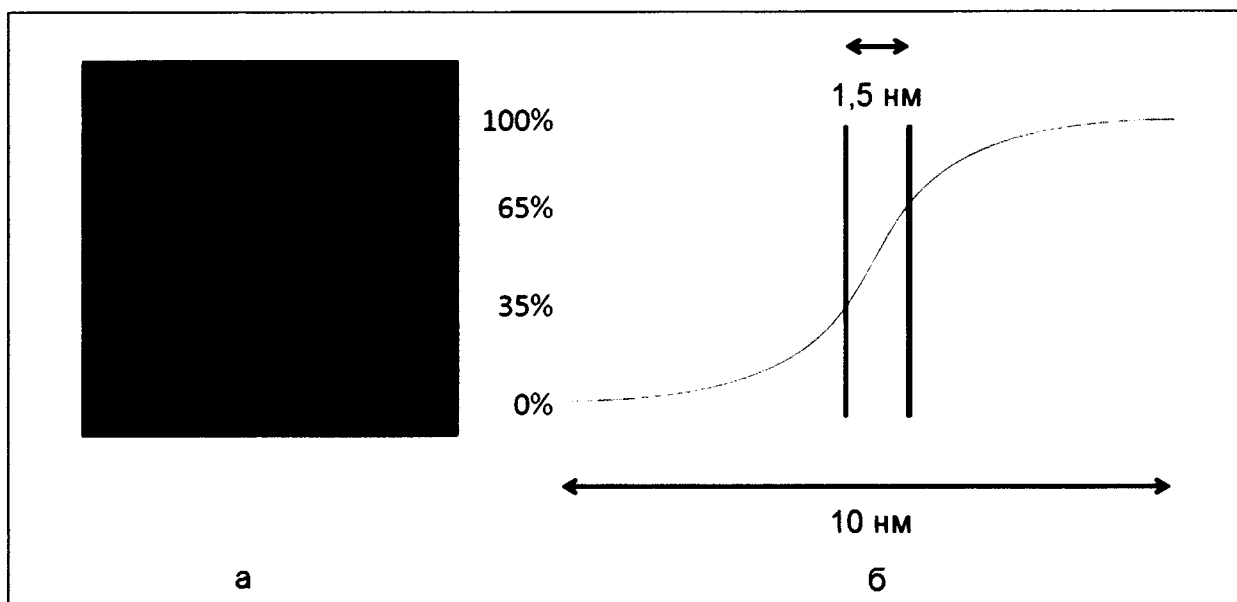


Рисунок 1. К определению пространственного разрешения микроскопа по документации фирмы FEI Company.

а – изображение отдельного зерна золота на угольной подложке, красным показаны линии, вдоль которых строят кривые набегания и вычисляют пространственное разрешение; б – кривая набегания вдоль одной из линий, разность между абсциссами точек пересечения кривой набегания и линий, соответствующих верхнему значению порога контраста (65% от максимальной интенсивности данного видеосигнала) и нижнему значению порога контраста (35% от максимальной интенсивности данного видеосигнала) соответствует 1,5 нм, эта величина принимается за значение пространственного разрешения.

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

№ п/п	Наименование операций	Раздел	Обязательность проведения операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр, проверка комплектности	9.1	да	да
2	Проверка работоспособности микроскопа. Проверка программного обеспечения.	9.2	да	да
3	Определение пространственного разрешения микроскопа	9.3.1	да	да
4	Определение диапазона измерений линейных размеров и относительной погрешности измерений линейных размеров	9.3.2	да	да
5	Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра	9.3.3	да	да
6	Определение погрешности измерений положения линий характеристического рентгеновского излучения	9.3.4	да	да

№ п/п	Наименование операций	Раздел	Обязательность проведения операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
7	Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений интенсивности рентгеновского излучения	9.3.5	да	да
8	Проверка диапазона определяемых элементов	9.3.5	да	нет

5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяются меры, образцы и вещества, указанные в таблице 2.

Таблица 2. Стандартные образцы и вещества, используемые при поверке.

Номер пункта по методике поверки	Обозначение образца в методике поверки	Марка или химический состав стандартного образца	Производитель или нормативный документ
9.3.1	ПО-1	Образец – Agar Gold on Carbon Ultra High Resolution Calibration Specimen AGS1987 (размер частиц менее 2 нм)	Фирма Agar Scientific, Великобритания.
9.3.2	ПО-2	Мера длины концевая плоскопараллельная с номинальным значением 1 мм (кл.т. 3 по ГОСТ 9038-90)	По ГОСТ 9038-90.
9.2 9.3.2	ПО-3	Мера ширины и периода специальная МШПС-2.0К (номинальное значение шага шаговой структуры - 2 мкм, допустимое отклонение от номинального значения шага шаговой структуры $\pm 0,05$ мкм)	Изготовленная по ГОСТ Р 8.628-2007.
9.3.3, 9.3.4, 9.3.5	ПО-4	Чистая медь	Катодная медь марок М0к, М1к или М2к по ГОСТ 859-2001.
9.2 9.3.3	ПО-5	Чистый марганец	Марганец марок Мн998 или Мн997 по ГОСТ 6008-90.
9.3.3	ПО-6	Образец - Calcium fluoride, Product number 378801, CAS number 7789-75-5 (содержание фторида кальция не менее 99,99 %)	Фирма Sigma Aldrich, США.

Номер пункта по методике поверки	Обозначение образца в методике поверки	Марка или химический состав стандартного образца	Производитель или нормативный документ
9.3.3	ПО-7	Графит	Графит марок ГСМ-1, ГСМ-2 по ГОСТ 17022-81.

4.2 Образцы ПО-6 и ПО-7 перед применением необходимо спрессовать в таблетки.

4.3 На поверхность спрессованного ПО-6 необходимо напылить угольную пленку для предотвращения эффектов зарядки.

4.4 Рентгеноспектральные характеристики ПО-4 – ПО-7 установить в соответствии с ГСССД МЭ 222 – 2014.

4.5 Допускается использование других средств поверки, по характеристикам не уступающим указанным.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают требования ГОСТ 12.3.019-80.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы со сканирующими электронными микроскопами;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации микроскопа и методику его поверки.

8 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

8.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- диапазон температур окружающей среды, °С 20±3;
- относительная влажность воздуха при температуре 20 °С, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 107;
- напряжение питания от сети переменного тока частотой (50/60) Гц, В от 110 до 240.

8.2 Подготовку микроскопа к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.3 Перед проведением поверки микроскоп должен быть полностью включен в соответствии с руководством по эксплуатации и выдержан во включенном состоянии не менее 24 часов.

9 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

9.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

9.1.1 При проведении внешнего осмотра и проверке комплектности должно быть установлено соответствие микроскопа следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, порядковый номер, год изготовления;
- прочность закрепления, плавность действия и обеспечение надежности фиксации всех органов управления;
- соответствие функциональному назначению и четкость всех надписей на органах управления и индикации;
- наружная поверхность не должна иметь следов механических повреждений, которые могут влиять на работу микроскопа;

- чистота и целостность разъемов;
- соединительные провода должны быть исправными;
- комплектность микроскопа должна соответствовать комплектности, указанной в эксплуатационной документации.

9.1.2 Результаты внешнего осмотра и проверку комплектности микроскопа считают положительными, если выполняются все требования п. 9.1.1.

9.2 Проверка работоспособности микроскопа.

Проверка программного обеспечения

9.2.1 В соответствии с руководством по эксплуатации включить микроскоп, убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и микроскопом.

9.2.2 Установить в микроскоп произвольный образец (может быть использован образец ПО-3) и получить электронно-микроскопическое изображение.

9.2.3 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы ускоряющих напряжений в диапазоне от 1 кВ до 30 кВ, проверить работоспособность системы замедления электронов.

9.2.4 Убедиться, что все детекторы вторичных электронов (ВЭ) и обратно рассеянных электронов (ОРЭ) функционирует в соответствии с технической документацией.

9.2.5 В соответствии с руководством по эксплуатации включить электронный монохроматор и убедиться в его работоспособности.

9.2.6 Убедиться, что для всех модификаций обеспечивается предусмотренный технической документацией диапазон увеличений.

9.2.7 Убедиться в наличии связи между управляющим программным обеспечением (ПО) и энергодисперсионным спектрометром (ЭДС).

9.2.8 Убедиться в наличии связи между управляющим ПО и системой регистрации и анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ).

9.2.9 В соответствии с руководством по применению ПО убедиться в возможности совместного управления ЭДС и системой регистрации и анализа картин ДОРЭ.

9.2.10 Установить в микроскоп образец ПО-5. В соответствии с руководством по эксплуатации записать рентгеновский спектр при ускоряющих напряжениях 20 кВ. Убедиться, что в спектре присутствуют яркие линии L- и K-серий марганца ($MnK\alpha_{1,2}$ 5,895 кэВ, $MnK\beta$ 6,49 кэВ, $MnL\alpha$ 0,637 кэВ) а положение высокоэнергетической границы тормозного рентгеновского излучения соответствует $(20,00 \pm 0,05)$ кэВ. Для осуществления данной операции записанный спектр следует просмотреть в логарифмическом масштабе.

9.2.11 Установить на специальный держатель с углом наклона образца 70° образец монокристаллического кремния. Получить четкую картину ДОРЭ от кремния.

9.2.12 На жестком диске компьютера, подключенного к микроскопу открыть директорию c:\хТ. В открывшейся директории найти файл feisystemcontrol.exe. Скопировать указанный файл на внешний носитель. Используя алгоритм вычисления цифрового идентификатора (по ГОСТ Р 34.11-94), определить контрольную сумму указанного файла.

9.2.13 Результат поверки является положительным, если результаты проверок по пп. 9.2.1–9.2.12 положительные и полученная контрольная сумма (цифровой идентификатор) соответствует сведениям, приведенным в описании типа на микроскоп (17AA8C9EE007B2291F54A7DBE98E8978DAC07552E52AD84D4CEB14216FF21B77).

9.3 Определение метрологических характеристик

9.3.1 Определение пространственного разрешения микроскопа

9.3.1.1 Установить поверочный образец ПО-1 и произвести откачку.

9.3.1.2 Установить для ускоряющего напряжения, при котором измеряют пространственное разрешение, предварительные режимы в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3. Предварительные режимы при измерениях пространственного разрешения.

Ускоряющее напряжение, для которого определяют пространственное разрешение	Режимы и параметры			
	Dwell time	Resolution	Integrate	Line integration
1 кВ	10 мкс (10÷30 мкс)	1024×884	1х	4х
2 кВ	10 мкс (10÷30 мкс)	1024×884	1х	4х
500 В	3 мкс (3÷30 мкс)	1024×884	1х	25х

9.3.1.3. Перед проведением измерений в соответствии с руководством по эксплуатации провести измерение уровня загрязнений. При необходимости произвести очистку сначала камеры, затем поверхности образца.

9.3.1.4. Использовать устройство криогенной очистки для улучшения вакуума. Для измерений пространственного разрешения давление в камере образцов не должно превышать $3 \cdot 10^{-5}$ Па.

9.3.1.5. Убедиться, что при увеличении 600000х на изображении отсутствуют помехи, связанные с вибрациями.

9.3.1.6. Установить для ускоряющего напряжения, при котором определяют пространственное разрешение, режимы измерений и параметры в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4. Режимы и значения параметров для различных ускоряющих напряжений, при которых измеряют пространственное разрешение.

Ускоряющее напряжение, для которого измеряют пространственное разрешение	Режимы и параметры							
	Mode	Наклон образца	UC Mode	Ток зонда	BD	Рабочее расстояние	Детектор	Увеличение
1 кВ	mode II	0°	ON	1,6÷6,3 пА	1 кВ	0,8÷1,5 мм	TLD-SE	$6 \cdot 10^5 \div 9 \cdot 10^5$
2 кВ	mode II	0°	ON	1,6÷6,3 пА	OFF	0,7÷1,5 мм	TLD-SE	$9 \cdot 10^5 \div 1,2 \cdot 10^6$
500 В	mode II	0°	ON	1,6÷13 пА	4 кВ	~1,5 мм	ICD	$6 \cdot 10^5 \div 9 \cdot 10^5$

9.3.1.7 Получить изображение единичного островка золота и сохранить его по адресу, указанному для каждого ускоряющего напряжения в таблице 5.

Таблица 5. Директория и имя файла с изображением.

Ускоряющее напряжение, для которого измеряют пространственное разрешение	Адрес, по которому сохраняют изображение и имя файла
1 кВ	c:\Timages\SAT\TLD_1 kV_1 mm_SN9923332.tif

2 кВ	c:\xT\images\SAT\TLD_2kV_1mm_SN9923332.tif
500 В	c:\xT\images\SAT\ICD_500V_1mm_SN9923332.tif

9.3.1.8 Запустить программу оценки качества изображения (image.exe) на вспомогательном компьютере.

9.3.1.9 Открыть сохраненное в п.9.3.1.7 изображение и произвести измерение пространственного разрешения. Полученный результат занести в протокол.

9.3.1.10 Операции по пп. 9.3.1.2 – 9.3.1.9 выполнить для каждого следующих значений ускоряющего напряжения: 1 кВ; 2 кВ; 500 В.

9.3.1.11 Микроскоп считается годным, если полученные результаты соответствуют требованиям, приведенным в таблице 6.

Таблица 6. Значения пространственного разрешения в соответствии с эксплуатационной документацией микроскопа.

Ускоряющее напряжение, для которого измерено пространственное разрешение	Измеренное значение пространственного разрешения, не более
1 кВ	0,7 нм
2 кВ	0,6 нм
500 В	1 нм

9.3.2 Определение диапазона измерений линейных размеров и относительной погрешности измерений линейных размеров

9.3.2.1 Нижнюю границу диапазона измерений определить по формуле:

$$L_{min} = 8 \cdot l_{min} , \quad (1)$$

где L_{min} – нижняя граница диапазона измерений линейных размеров, нм;
 l_{min} – значение пространственного разрешения для ускоряющего напряжения 2 кВ, измеренное в п. 9.3.1.9, нм.

9.3.2.2 Установить в микроскоп поверочный образец ПО-2 (меру длины концевую плоскопараллельную с номинальным значением 1 мм).

9.3.2.3 Установить предварительные режимы и режимы измерений в соответствии с таблицами 2 и 3 для ускоряющего напряжения 2 кВ.

9.3.2.4 Для определения верхней границы диапазона измерений линейных размеров установить в камеру образцов микроскопа поверочный образец ПО-2. Подбирая значение увеличения и перемещая концевую меру, добиться, чтобы рабочие края концевой меры были видны на изображении.

9.3.2.5 Установить в камеру образцов микроскопа поверочный образец ПО-3 и получить в соответствии с руководством по эксплуатации микроскопа его изображение.

9.3.2.6 Руководствуясь геометрией меры на образце ПО-3 найти участок с шаговой структурой.

9.3.2.7 Поворотом изображения добиться приблизительной параллельности дорожек вертикальным границам изображения. В соответствии с руководством по эксплуатации, добиться оптимальной фокусировки изображения и максимальной компенсации астигматизма. Фокусировку, регулировку яркости и контрастности выполнить в ручном ре-

жине, обращая внимание на отсутствие участков с ограничением сигнала. Выбрать такое увеличение, чтобы на изображении поместились пятый и шестой выступы шаговой структуры. Сфотографировать и сохранить изображение.

9.3.2.8. Получить изображение шаговой структуры, содержащей девять шагов и повторить операции, указанные в п. 9.3.2.7.

9.3.2.9. В соответствии с руководством по эксплуатации, на полученных в пп. 9.3.2.7-9.3.2.8 снимках произвести измерения расстояний, используя встроенный режим измерений. Для изображения, полученного в п. 9.3.2.7 произвести измерения расстояния между эквивалентными точками, соответствующими одному шагу структуры, для изображения, полученного в п. 9.3.2.8 – между эквивалентными точками, соответствующим девяти шагам. Измерения провести $n = 10$ раз, каждый раз смещаясь по структуре в направлении, параллельном дорожкам. Результат измерений линейного размера элемента для каждого изображения (полученного в п. 9.3.2.7 и в п. 9.3.2.8) вычисляют по формуле:

$$\bar{l} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n l_i, \quad (2)$$

где \bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, мкм;

$n = 10$ – число измерений для каждого изображения (см. п. 9.3.2.9);

l_i – результат i -го измерения расстояния между эквивалентными точками структуры, ($i = 1, 2, \dots, 10$).

Среднее квадратическое отклонение результата измерений линейного размера $S_{\bar{l}}$ вычислить по формуле:

$$S_{\bar{l}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (l_i - \bar{l})^2}{n(n-1)}}, \quad (3)$$

где $S_{\bar{l}}$ – среднее квадратическое отклонение результата измерений линейного размера, мкм;

\bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, вычисленный по формуле (2), мкм;

l_i – результат i -го измерения ($i = 1, 2, \dots, 10$), мкм;

$n = 10$ – число измерений на каждом изображении (см. п. 9.3.2.9) структуре с данным аттестованным размером.

Доверительные границы случайной погрешности ε вычислить по формуле:

$$\varepsilon = t S_{\bar{l}}, \quad (4)$$

где ε – доверительные границы случайной погрешности, мкм;

$t = 2,262$ – коэффициент Стьюдента для 10 измерений и доверительной вероятности $P = 0,95$;

$S_{\bar{l}}$ – среднее квадратическое отклонение результата измерений линейного размера, мкм, вычисленное по формуле (3);

Границы относительной погрешности измерений линейных размеров (без учета знака) для доверительной вероятности $P = 0,95$ вычислить по формуле:

$$\delta = \frac{1}{\bar{l}} \cdot K \sqrt{\frac{(|\bar{l}-l_{ref}|+|\Delta_{ref}|)^2}{3}} + S_{\bar{l}}^2 \cdot 100, \quad (5)$$

где δ – границы относительной погрешности измерений линейных размеров, %;
 \bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, вычисленный по формуле (2), мкм;

ε – доверительные границы случайной погрешности, мкм, вычисленные по формуле (4);

l_{ref} – аттестованное значение линейного размера элемента меры МШПС-2,0К (поверочный образец ПО-1), мкм, (указано в паспорте ПО-1);

Δ_{ref} – погрешность аттестации меры, мкм, (указана в паспорте ПО-1).

Коэффициент K в соотношении (5) вычислить по формуле:

$$K = \frac{\varepsilon + (|\bar{l} - l_{ref}| + |\Delta_{ref}|)}{S_{\bar{l}} + \frac{(|\bar{l} - l_{ref}| + |\Delta_{ref}|)}{\sqrt{3}}}, \quad (6)$$

где ε – доверительные границы случайной погрешности, мкм, вычисленные по формуле (4);

\bar{l} – результат измерений линейного размера элемента, вычисленный по формуле (2), мкм;

l_{ref} – аттестованное значение линейного размера элемента, мкм;

Δ_{ref} – погрешность аттестации меры, мкм,;

$S_{\bar{l}}$ – среднее квадратическое отклонение результата измерений линейного размера, мкм, вычисленное по формуле (3).

9.3.2.10 Обработку результатов в соответствии с п.9.3.2.9 провести для значений, полученных при измерениях расстояний между соседними эквивалентными точками (п.9.3.2.7, один шаг структуры) и между эквивалентными точками для девяти шагов структуры (п. 9.3.2.8). В качестве значения относительной погрешности измерений линейных размеров δ принимают максимальное из полученных значений.

9.3.2.11 Микроскоп считается годным, если:

- величина δ (п.9.3.2.11) не превышает 5 %.

- величина l_{min} , вычисленная по формуле (1) п. 9.3.2.1, не более 10 нм, а оба края меры длины концевой плоскопараллельной с номинальным значением 1 мм (поверочный образец ПО-2, п. 9.3.2.4) при увеличении микроскопа 50 крат видны на изображении.

9.3.3 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра

9.3.3.1. Установить параметры микроскопа для работы с ЭДС. Ускоряющее напряжение - 20 кВ.

9.3.3.2. Установить ПО-4 в микроскоп.

9.3.3.3. В соответствии с руководством по эксплуатации ЭДС выполнить энергетическую калибровку.

9.3.3.4. Установить живое время спектрометра 100 с. Образцы для измерений энергетического разрешения ЭДС, режимы работы микроскопа и спектрометра приведены в таблице 7.

Таблица 7.

Поверочный образец	Химический элемент	Линия характеристического рентгеновского излучения	Ускоряющее напряжение микроскопа, kV	Диапазон регистрируемых энергий ЭДС? kV	Число каналов ЭДС	Цена деления энергетической шкалы ЭДС, eV/канал
ПО-5	Марганец	MnK $\alpha_{1,2}$	15	0 ÷ 20	4096	5
ПО-6	Фтор	FK α	10	0 ÷ 10	4096	2,5
ПО-7	Углерод	CK α	10	0 ÷ 10	4096	2,5

9.3.3.5 Установить в микроскоп соответствующий поверочный образец и произвести откачку.

9.3.3.6 Регулировкой тока зонда добиться интенсивности спектра не более 10000 имп/с. Произвести запись спектра и экспортировать полученный спектр в формат EMSA (для этого необходимо кликнуть правой клавишей мышки на изображении набранного спектра, в выпадающем меню выбрать Export, затем EMSA). Сохранить спектр в полученном формате под именем, указанным в таблице 6.

9.3.3.7 Структура текстового файла в формате EMSA представлена в Приложении А. Спектр, представляющий собой массив данных $A=\{I_j, E_j\}$, где I_j, E_j – значения интенсивности рентгеновского излучения и энергии фотонов соответственно, переносят в программу **OriginPro 8**¹ или аналогичную для дальнейшей обработки, формируя файл с данными в этой программе, рекомендуемое имя которого указано в таблице 6.

9.3.3.8 Выполнить операции по пп. 9.3.3.5-9.3.3.6 последовательно для всех образцов, указанных в таблице 7.

9.3.3.9 Из полученных в п. 9.3.3.7 массивов данных для каждого поверочного образца $A_i=\{I_j, E_j\}$ выделяют массив $B_i=\{I_k, E_k\}$, соответствующий диапазону энергий от E_{\min} до E_{\max} . Индекс i соответствует различным химическим элементам. Выбор значений границ массива осуществляется путем просмотра графика зависимости интенсивности от энергии. Эти точки соответствуют выходу пика на уровень фона со стороны меньшей и большей энергий от максимума. Ориентировочные значения энергий приведены в таблице 8.

Таблица 8.

Поверочный образец	Имя файла с экспортированными данными	Имя проекта в программе Origin 8 Pro	Нижнее значение энергии E_{\min} , эВ	Верхнее значение энергии E_{\max} , эВ
ПО-5	Mn.emsa	Mn_resol.opj	5695	6095
ПО-6	F.emsa	F_resol.opj	577	777
ПО-7	C.emsa	C_resol.opj	187	367

9.3.3.10 Зависимость интенсивности рентгеновского излучения от энергии фотонов $B_i=\{I_k, E_k\}$ для каждого химического элемента аппроксимируют с помощью четырехпараметрической модели:

¹ Программа OriginPro 8 производства OriginLab Corporation, One Roundhouse Plaza, Northampton. MA 01060 USA

$$I_i(E) = I_{\phi_i} + A_i \exp\left(-\frac{(E-E_{p_i})^2}{2w_i^2}\right), \quad (7)$$

где $I_i(E)$ - интенсивность характеристического рентгеновского излучения, число импульсов за 100 с;

I_{ϕ_i} - интенсивность фона, число импульсов за 100 с;

A_i - спектральная интенсивность характеристической линии, число импульсов за 100 с;

E - энергия фотона, эВ;

E_{p_i} - энергия фотона, соответствующая значению спектральной интенсивности, эВ;

w_i - параметр, характеризующий ширину линии, эВ.

В программе **OriginPro 8** этому соответствуют следующие действия: в меню **Analysis** выбрать пункт **Fitting**, в появившемся выпадающем меню пункт **Non Linear Curve Fit**. В появившемся окне диалога выбрать пункт **Function Selections**, в окне **Category** выбрать из выпадающего меню **Peak Functions**, затем в пункте **Category** выбрать функцию **GaussAmp**, которая соответствует модели (6). Осуществить аппроксимацию и в окне данных считать значения параметра w_i .

Проделать указанные операции для всех образцов (табл. 7).

9.3.3.11 Энергетическое разрешение спектрометра на линии $K\alpha_{1,2}$ соответствующего элемента ΔE_i , эВ, вычисляют по формуле:

$$\Delta E_i = 2,3548 \cdot w_i, \quad (8)$$

где w_i - параметр, вычисленный в п. 9.3.3.10, эВ.

9.3.3.12 Микроскоп считается годным, если вычисленные по формуле (8) значения энергетического разрешения ЭДС не превышают значений, указанных для каждого элемента в таблице 9.

Таблица 9.

Химический элемент	Спектральная линия	Энергетическое разрешение ЭДС, эВ, не более
Марганец	MnK $\alpha_{1,2}$	124
Фтор	FK α	58
Углерод	CK α	48

9.3.4 Определение погрешности измерений положения линий характеристического рентгеновского излучения

9.3.4.1. Установить в микроскоп поверочный образец ПО-4.

9.3.4.2. Установить режим микроскопа для работы с ЭДС. Ускоряющее напряжение 20 кВ. Параметры ЭДС: диапазон от 0 до 20 кэВ, число каналов 4096 (5 эВ/канал). Живое время набора данных 100 с.

9.3.4.3. Изменение тока электронного зонда добиться интенсивности регистрируемого рентгеновского спектра около 10 000 имп/с.

9.3.4.4. Зарегистрировать рентгеновский спектр и экспортировать его в формат EMSA.

9.3.4.5. Выполнить операции по пп. 9.3.3.9 – 9.3.3.10 для зарегистрированного спектра. Ориентировочные значения границ массива (п.9.3.3.9) $E_{\min} = 7820$ эВ, $E_{\max} = 8261$ эВ. Считать значение E_{pCu} .

9.3.4.6 Погрешность измерений энергии рентгеновских фотонов на линии $CuK\alpha_{1,2}$ Δ_{Cu} , эВ, вычислить по формуле:

$$\Delta_{Cu} = 8041,00 - E_{pCu}, \quad (9)$$

где число 8041,00 соответствует энергии фотонов для максимума линии характеристического излучения меди $CuK\alpha_{1,2}$, эВ, установленное в соответствии с ГСССД МЭ 222 – 2014;

E_{pCu} - энергия фотонов, соответствующая значению максимуму линии характеристического излучения меди $CuK\alpha_{1,2}$, получена в п. 9.3.4.5, эВ.

9.3.4.5. Микроскоп считается годным, если величина Δ_{Cu} (без учета знака) не превышает 0,3 эВ.

9.3.5 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений интенсивности рентгеновского излучения

9.3.5.1 Измерения проводят на образце ПО-4. Режимы работы микроскопа и параметры ЭДС согласно 9.3.4.2 – 9.3.4.3.

9.3.5.2 Зарегистрировать спектр и экспортировать его в формат EMSA.

9.3.5.3 Выполнить операции по пп. 9.3.3.11 – 9.3.3.12.

9.3.5.4 Записать значение интенсивности линии характеристического излучения меди A_{Cu_i} , полученное на основе модели (6).

9.3.5.5 Повторить операции по пп. 9.3.5.2 – 9.3.5.4 10 раз. Каждый раз следует немного сдвигать точку, соответствующую положению электронного зонда на образце во избежании образования нагара.

9.3.5.6 Вычислить среднее значение интенсивности рентгеновского излучения линии $K\alpha_{1,2}$ марганца по результатам измерений \bar{A} по формуле:

$$\bar{A} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n A_{Cu_i}, \quad (10)$$

где \bar{A} - среднее значение интенсивности рентгеновского излучения линии $K\alpha_{1,2}$ меди, число импульсов за 100 с;

A_{Cu_i} – результат i -го измерения интенсивности рентгеновского излучения линии $K\alpha_{1,2}$ меди, число импульсов за 100 с;

$n = 10$ – число измерений.

Относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений интенсивности рентгеновского излучения вычислить по формуле:

$$s_r = \frac{1}{\bar{A}} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{(\bar{A} - A_{Cu_i})^2}{n-1} \cdot 100, \quad (10)$$

где s_r - относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений интенсивности, %;

\bar{A} - среднее значение интенсивности рентгеновского излучения линии $K\alpha_{1,2}$ меди, число импульсов за 100 с;

A_{Cu_i} – результат i -го измерения интенсивности рентгеновского излучения линии $K\alpha_{1,2}$ меди, число импульсов за 100 с;
 $n = 10$ – число измерений.

9.3.5.7 Микроскоп считается годным, если величина s_r не превышает 2 %.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведены в Приложении Б), который хранится в организации, проводившей поверку.

10.2 Микроскоп, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство о поверке установленной формы.

10.3 При отрицательных результатах поверки процедуру поверки следует повторить. Если повторные результаты поверки окажутся неудовлетворительными, то микроскоп запрещают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Главный научный сотрудник АО «НИЦПВ»,
доктор физ.-мат. наук, профессор

М.Н.Филиппов