

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального
директора АО «НИЦПВ»




Д.М. Михайлюк

« 12 » декабря 2018 г.

Спектрометр оже-электронный РНІ-670хі
Методика поверки

Москва
2018

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на спектрометр оже-электронный РНІ-670хі, зав. №167 производства фирмы Physical Electronics, Inc., США (далее – спектрометр) и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

Настоящая методика разработана в соответствии с РМГ 51-2002 «Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения».

Интервал между поверками - 1 год.

2 Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1:

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

| № п/п | Наименование операций | Номер пункта методики | Обязательность проведения операций при | |
|-------|--|-----------------------|--|-----------------------|
| | | | первичной поверке | периодической поверке |
| 1 | Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения. | 6.1 | да | да |
| 2 | Опробование спектрометра | 6.2 | да | да |
| 3 | Определение относительного энергетического разрешения спектрометра | 6.3.1 | | |
| 4 | Определение относительного СКО интенсивности линий оже-электронов | 6.3.2 | да | да |
| 5 | Определение отношения сигнал/шум при регистрации оже-электронов на линии меди Cu LMM | 6.3.3 | да | да |

3 Средства поверки

При проведении поверки применяются следующие средства поверки:

- СО состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171) - ГСО 6319-92/6323-92, образец с индексом 1715 - далее поверочный образец.

4 Требования безопасности

При проведении поверки соблюдают требования ГОСТ 12.3.019-80 «Правила эксплуатации электроустановок потребителем».

5 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы со спектрометрами оже-электронными;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации прибора и методу его поверки.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С17-23
- атмосферное давление, кПа.....92-104

- относительная влажность воздуха, % не более50
- напряжение питания от сети переменного тока частотой 50/60 Гц, В.....210-230

6.2 Подготовку спектрометра к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

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

7 Проведение поверки

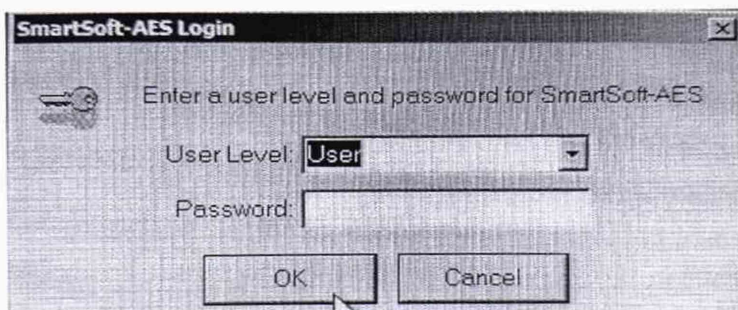
7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения

7.1.1 При внешнем осмотре установить:

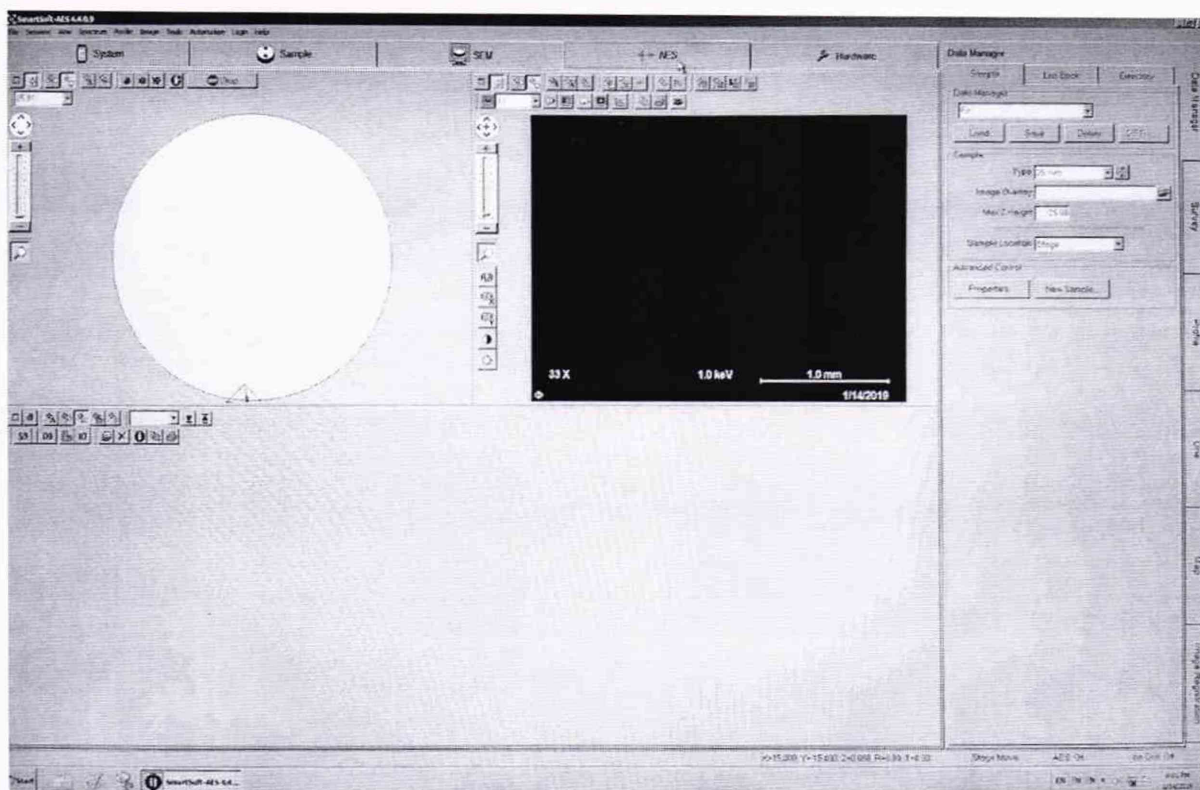
- соответствие комплектности (без запасных частей и инструмента), указанной в руководстве по эксплуатации спектрометра;
- надёжность крепления соединительных элементов;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики спектрометра;
- наличие на спектрометре заводского номера и товарного знака фирмы-изготовителя.

7.1.2 Для идентификации программного обеспечения (ПО) спектрометра необходимо:

- включить спектрометр;
- запустить программу Smart Soft-AES.exe стартового меню;
- на экране появится окно следующего вида:



- нажать «OK»
- в заголовке открывшегося окна (рисунок ниже), будет написана версия программы. Также версию можно посмотреть, нажав в строке Menu, пункт «Help» далее «about program».



Спектрометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО спектрометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационное наименование ПО | Smart Soft-AES.exe |
|---|--------------------|
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | 4.4.0.9 |

7.2 Опробование

В процессе опробования необходимо провести следующие операции:

7.2.1. Включить спектрометр и в соответствии с руководством по эксплуатации подготовить его к проведению измерений.

7.2.2 В соответствии с руководством по эксплуатации измерить остаточное давление в камере спектрометра.

Спектрометр считается годным к поверке, если:

- остаточное давление после использования сублимационного насоса не более, Па

$$7 \cdot 10^{-8}$$

- остаточное давление без использования сублимационного насоса не более, Па

$$1 \cdot 10^{-7}$$

7.3 Определение метрологических характеристик.

7.3.1. Определение относительного энергетического разрешения спектрометра

Установить следующие параметры и режимы спектрометра:

- ускоряющее напряжение 15 кВ;

- ток пучка 10 нА.

Установить на держатель образца поверочный образец и в соответствии с инструкцией по эксплуатации загрузить его в спектрометр. Выбрать участок для анализа и произвести чистку поверхности аргоном до достижения следующих условий – пики кислорода О и углерода С не должны превосходить 2% от амплитуды максимального пика меди.

Установить следующие параметры и режимы спектрометра:

- ускоряющее напряжение 1 кВ;

- ток пучка 1 нА.

Используя программное обеспечение осуществить 10 раз запись спектра вторичных электронов в диапазоне энергий 950 – 1010 эВ с интервалом 0,2эВ/шаг для регистрации пика упруго-отраженных электронов с энергией в максимуме примерно 1 кэВ.

С использованием штатного программного обеспечения для всех полученных спектров произвести вычитание фона и измерить ширину пика E_i (в эВ) упруго-отраженных электронов на половине высоты пика (FWHM), где $i = 1, 2, \dots, 10$ – номер измерения.

Относительное энергетическое разрешение спектрометра определить по формуле

$$\delta = \frac{\sum_{i=1}^{10} E_i}{100} \%$$

Спектрометр считается годным, если значение δ не превышает 0,6%.

7.3.2 Определение относительного СКО интенсивности линий оже-электронов

Установить следующие параметры и режимы спектрометра:

- ускоряющее напряжение 10 кВ;

- ток пучка 10 нА.

Выбрать участок для анализа на поверхности поверочного образца и произвести чистку поверхности аргоном до достижения следующих условий – пики кислорода О KLL и углерода С KLL не должны превосходить 2% от максимального пика меди.

Используя программное обеспечение осуществить 10 раз запись оже-спектра в течение 100 с для Cu LMM оже-линии (914 эВ).

С использованием штатного программного обеспечения для всех полученных спектров произвести вычитание фона и рассчитать интенсивность $I_{i(Cu)}$ линии Cu для каждого измерения с номером i ($i=1, 2, \dots, 10$). Определить относительное среднее квадратичное отклонение результатов измерений интенсивности Cu LMM оже-линии по формуле:

$$CKO_{Cu} = \frac{100\%}{3I_{cp(Cu)}} \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (I_{i(Cu)} - I_{cp(Cu)})^2}$$

где $I_{cp(Cu)} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} I_{i(Cu)}$

Используя программное обеспечение, осуществить 10 раз запись оже-спектра в течение 100 с для Zn LMM оже-линии.

С использованием штатного программного обеспечения для всех полученных спектров произвести вычитание фона и рассчитать интенсивность $I_{i(Zn)}$ линии Zn для каждого измерения с номером i ($i=1, 2, \dots, 10$). Определить относительное среднее квадратичное отклонение результатов измерений интенсивности Zn LMM оже-линии по формуле:

$$CKO_{Zn} = \frac{100\%}{3I_{cp(Zn)}} \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (I_{i(Zn)} - I_{cp(Zn)})^2}$$

$$\text{где } I_{cp(Zn)} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} I_{i(Zn)}$$

Прибор считается прошедшим поверку по п.7.3.2, если выполнены условия:
 $CKO_{Cu} \leq 0,5\%$ и $CKO_{Zn} \leq 0,5\%$.

7.3.3 Определение отношения сигнал/шум при регистрации оже-электронов на линии меди Cu LMM

Включить источник электронов и установить на нем ускоряющее напряжение 10 кВ, ток электронного пучка 10 нА.

На поверхности поверочного образца выбрать участок для анализа и произвести чистку поверхности аргоном до достижения следующих условий – пики кислорода O 1s и углерода C 1s не должны превосходить 2% от LMM пика Cu.

Произвести запись спектра оже-электронов в диапазоне энергий оже-электронов 900 – 1000 эВ, время измерений 1 сек. С помощью штатного программного обеспечения вычислить отношение сигнал/шум для линии Cu LMM, где значение шума определяется как среднее квадратичное отклонение интенсивности фоновых сигналов электронов в диапазоне от 961 до 975 эВ.

Результаты испытаний по п.5.3.3 считаются положительными, если отношение сигнал/шум на линии Cu LMM не менее 300:1.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки оформляются протоколом, который хранится в организации, проводившей поверку.

8.2 Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. №1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и на лицевую панель спектрометра в виде наклейки в соответствии с рисунком внешнего вида, приведенным в описании типа.

8.3 При отрицательных результатах поверки спектрометр запрещают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин по установленной форме.

Начальник отдела АО «НИЦПВ» к.ф.-м.н.



Митюхляев В.Б.