

**Федеральное агентство
по техническому регулированию и метрологии**
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВНИИМС»

СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации МВИ
№ 702/01-09

Методика измерений элементного состава образцов
при необходимости указывают объект и метод измерения

разработанная Учреждением Российской Академии Наук Институтом физики твердого
тела РАН

наименование организации (предприятия) разработавшей МВИ

и регламентированная в документе «Методика измерений элементного состава
образцов методом времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии» Шифр
методики TOF SIMS

обозначение и наименование документа

Аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 «ГСИ. Методики выполнения измерений»,
аттестация осуществлена по результатам Метрологической экспертизы материалов по
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ
разработке МВИ в соответствии с п.6.4 ГОСТ Р 8.563

теоретическое или экспериментальное исследование МВИ и другие виды работ

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к
ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологиче-
скими характеристиками, приведенными в Приложении настоящего свидетельства

Диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (неопределенность измерений)

и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости нормативы контроля)

Зам. директора ФГУП «ВНИИМС»

В.Н. Яншин

Начальник отдела 702 ФГУП «ВНИИМС»

Д.В. Корнеев



«11» ноября 2009 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству об аттестации № 702/01-09

Измеряемая величина	Пределы измерений	Погрешности измерений
Масса иона	$(1 \div 10000)$ а.е.м.*	В режиме высокого массового разрешения относительная погрешность $m/\Delta m = 10^4$. В режиме высокого пространственного разрешения относительная погрешность $m/\Delta m = 10^2$
Карта распределения элементов по поверхности	100 нм ÷ 1000 мкм при концентрации измеряемых частиц не менее $10^{14}/\text{см}^3$	В режиме высокого массового разрешения абсолютная погрешность 2 мкм, В режиме высокого пространственного разрешения абсолютная погрешность 60 нм
Профиль распределения элементов по глубине	1 нм ÷ 100 мкм при концентрации измеряемых частиц не менее $10^{14}/\text{см}^3$	Абсолютная погрешность в определении профиля распределения элементов по глубине 3 нм
Температура образца	$(-200 \div 650)^\circ\text{C}$	абсолютная погрешность $0,1^\circ\text{C}$

Примечание: а.е.м. - атомная единица массы. $1 \text{ а. е. м.} \approx 1,660\,540\,2(10) \cdot 10^{-27} \text{ кг.}$

Начальник отдела 702 ФГУП «ВНИИМС»



Д.В. Корнеев

«11» ноября 2009 г.

Российская Академия Наук

**Учреждение Российской Академии Наук
Институт физики твердого тела РАН**

«УТВЕРЖДАЮ»

Руководитель РЦКП ИФТТ РАН
зам. директора ИФТТ РАН

С.И.Бредихин



**Методика измерений элементного состава образцов
методом времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии**

Шифр методики TOF SIMS

РАЗРАБОТЧИКИ:

Инженер ЛСДС (ИФТТ РАН) _____ И.С.Бредихин

Инженер ЛСДС (ИФТТ РАН) _____ Е.А.Фролова

Сведения о документе

Разработан:

Учреждение Российской академии наук

Институт физики твердого тела РАН

Инженер лаборатории спектроскопии дефектных структур И.С.Бредихин

Инженер лаборатории спектроскопии дефектных структур Е.А.Фролова

«5» ноября 2009 г.

Методика измерений элементного состава образцов методом времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии (времяпролетный вторично-ионный масс-спектрометр TOF-SIMS.5-100P производства IonTOF, Германия)

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 и МИ 2336-95, ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002.

Настоящий документ не может быть тиражирован и распространен без разрешения
Учреждения Российской академии наук Института физики твердого тела РАН

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
1. НАЗНАЧЕНИЕ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ	4
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ СРЕДСТВА.....	5
2.1. Оборудование для пробоподготовки.....	5
2.2. Средство измерения.	6
2.3. Источники приборных погрешностей.....	7
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ	8
3.1. Принцип работы метода.	8
3.2. Теоретическая оценка погрешности.....	9
4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	13
5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ	13
6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ	14
6.1. Требования к помещению	14
6.2. Требования к образцу	14
6.3. Требования к ходу выполнения измерений.	15
7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ	15
7.1. Подготовка образцов для анализа.....	15
7.2. Установка образцов в камере масс-спектрометра.....	15
7.3. Настройка масс-спектрометра.....	15
7.4. Выбор участка для анализа.....	16
8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	16
9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ	16
9.1. Обработка спектра при помощи программного обеспечения.....	16
9.2. Статистическая обработка результатов эксперимента	17
10. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ	18
11. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.....	18
12. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ.....	18
ПРИЛОЖЕНИЕ А	19

ВВЕДЕНИЕ

Возможности исследования состава поверхности внешнего атомного слоя твердого тела значительно расширились в связи с разработкой метода времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии, который основан на разделении по времени пролета в ускоряющем электрическом поле вторичных ионов, выбиваемых с поверхности исследуемого образца под воздействием сфокусированного пучка ионов.

Метод времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии является сочетанием метода масс-спектрометрии вторичных ионов (МСВИ) с времяпролетным анализатором.

При анализе образца методом МСВИ его поверхность облучается первичными ионами некоторой определенной энергии, которая передается атомам образца путем соударений. Часть энергии передается обратно на поверхность, позволяя приповерхностным атомам и молекулам преодолеть энергию связи поверхности. Взаимодействие группы соударений с поверхностными молекулами достаточно мягкое, чтобы позволить даже большим нелетучим молекулам с массами до 10000 а.е.м.* оторваться без или с малыми повреждениями. Большинство испущенных частиц являются электронейтральными, однако малая часть оказывается положительно или отрицательно заряжена. Последующий анализ испущенных (вторичных) ионов предоставляет подробную информацию об элементарном и молекулярном составе поверхности.

Принцип работы времяпролетного анализатора основан на том, что ионы с одинаковыми энергиями, но разными массами имеют разные скорости. Ионы, возникшие в результате короткого акта ионизации, ускоряются электромагнитным полем до одинаковой энергии и пролетают путь до детектора. Измерение времени пролета для каждого иона позволяет определять его массу. Данный цикл повторяется с периодичностью, зависящей от времени пролета самого тяжелого из детектируемых ионов. Главным преимуществом времяпролетного анализатора перед другими типами анализаторов является теоретически неограниченный верхний порог детектируемой массы.

Таким образом, метод времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии обладает рядом достоинств, важнейшими из которых являются очень низкий порог чувствительности для большинства элементов (менее 10^{-4} моноатомного слоя), измерение примесных профилей с разрешением по глубине 3 нм, возможность изотопного анализа и широкий диапазон детектируемых масс 1-10000 а.е.м.. Кроме того, развертка хорошо сфокусированного ионного пучка по поверхности дает возможность получения изображения распределения вторичных ионов с пространственным разрешением 60 нм.

* Примечание: а.е.м. - атомная единица массы. $1 \text{ а. е. м.} \approx 1,660\,540\,2(10) \cdot 10^{-27} \text{ кг}$

Возможность проведения элементного анализа выбранных участков (структурных составляющих) позволяет эффективно использовать времяпролетный вторично-ионный масс-спектрометр для диагностики продукции наноиндустрии.

1. НАЗНАЧЕНИЕ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика выполнения измерений предназначена для анализа элементного и молекулярного состава твердофазных образцов по масс-спектрам, полученным с помощью времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра TOF-SIMS.5-100P фирмы IonTOF (Германия) с висмутовым источником ионов.

Возможности прибора TOF-SIMS.5-100P, в частности, использование различных ионов висмута (Bi^+ , Bi^{++} , Bi_3^{++}) и наличие электронной пушки для компенсации заряда, позволяют использовать метод времяпролетной МСВИ для исследования широкого спектра твердофазных образцов: полупроводников, полимеров, биоматериалов, металлов, керамик и др. Оснащенность прибора двойной пушкой ионного травления (Cs и O_2) расширяет круг задач прибора, делая возможным профилирование образца по глубине. Таким образом, данная методика выполнения измерений с применением TOF-SIMS.5-100P позволяет решать следующие задачи:

- анализ элементного состава поверхности (спектроскопия поверхности);
- получение изображения поверхности в элементном контрасте (химических карт);
- анализ профиля элементного и молекулярного состава по глубине образца (для слоистых структур, межфазных границ, профилей легирования и диффузии);
- получение трехмерных картин распределения элементов;
- исследование образцов в широком интервале температур.

Данная методика может использоваться не только в лаборатории Института физики твердого тела РАН, но и в других научных центрах, оснащённых подходящим для этого оборудованием.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ СРЕДСТВА

Для реализации данной методики необходимо как основное средство измерения, а именно, времяпролетный вторично-ионный масс-спектрометр TOF-SIMS.5-100P, так и набор вспомогательного оборудования для пробоподготовки.

2.1. Оборудование для пробоподготовки.

Подготовка образца для исследования во времяпролетном вторично-ионном масс-спектрометре TOF-SIMS.5-100P определяется целью исследования и состоит в обеспечении соответствия параметров образца требованиям, изложенным в п.6.2.

Список оборудования для подготовки образцов представлен в Таблице 1.

Таблица 1.

Список оборудования для подготовки образцов

Наименование	Характеристики	Назначение
Сушильный шкаф SNOL 58/350, производство «СНОЛ-ТЕРМ», Литва	Поддерживаемая температура до от $T_{\text{комн.}}$ до 400°C	Сушка образцов
Прибор для механической шлифовки образцов Phoenix Beta, производство Buehler, США	Скорость вращения (30÷600) об/мин., охлаждение водой (подача (1÷6) бар), сменные шлифовальные и полировальные диски	Механическая шлифовка и полировка образцов
Вакуумная импрегнационная установка Cast N' Vac Castable Vacuum System, производство Buehler, США	Вакуум до 0,7 бар	Заливка образцов в компаунд для последующей шлифовки и полировки
Профилометр Talystep Taylor, производство Hobson Rank Taylor Hobson Limited, Великобритания	Разрешение 100 нм, участок сканирования 1 мм	Измерение шероховатости поверхности и оценка глубины кратера после процедуры ионного травления
Микроскоп оптический «Olympus BX-51», производство Olympus, Япония	Разрешение 1 мкм	Оценка глубины кратера после процедуры ионного травления

2.2. Средство измерений.

Времяпролетный вторично-ионный масс-спектрометр TOF-SIMS.5-100P представляет собой стационарный прибор. Прибор изготавливается в различных комплектациях.

Основными составляющими частями времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра являются: вакуумная система, главная и загрузочная вакуумные камеры, электронно-оптическая система висмутового источника (LMIG), колонна анализатора с рефлектором и детекторами ионов и вторичных электронов, электронные блоки управления системами масс-спектрометра. Кроме того, прибор TOF-SIMS.5-100P оснащен двойной пушкой ионного травления (DSC), системой компенсации заряда с низкоэнергетичной

электронной пушкой, а также моторизованным столиком с пятью степенями свободы. Обработка и хранение масс-спектров осуществляются с помощью поставляемого специализированного программного обеспечения, устанавливаемого на персональный компьютер.

Минимальная комплектация TOF-SIMS.5-100P для осуществления элементного анализа методом времяпролетной МСВИ представлена в Таблице 2.

Таблица 2.

Минимальная комплектация TOF-SIMS.5-100P для осуществления элементного анализа методом времяпролетной МСВИ

Наименование	Характеристики	Назначение
Времяпролетный вторично-ионный масс-спектрометр TOF-SIMS.5-100P	Ускоряющее напряжение: 25 кВ Источник ионов: Bi^+ , Bi^{++} , Bi_3^{++} Массовое разрешение: 10000* Пространственное разрешение: 60 нм**	Получение изображения структуры исследуемого образца
Моторизованный столик для держателей образцов	Вращение $\pm 180^\circ$, наклон $\pm 5^\circ$	Перемещение в 3-х ортогональных направлениях, вращение в горизонтальной плоскости и наклон держателя образца
Двойная пушка ионного травления DSC-S	Рабочий диапазон энергий: 0.5 кэВ÷2кэВ	Травление образца ионами Cs или O_2
Система компенсации заряда с электронной пушкой	Энергия электронов: 20 эВ	Компенсация заряда для непроводящих образцов
Управляющий компьютер	Установленные программы: «Escosy Plus 4.00 SP 1» «TofSims Software 4.1»	Управление системами масс-спектрометра, анализ спектров
Комплект держателей образцов	Закрытый держатель Открытый держатель Держатель для исследований при различных температурах	Фиксация образца и обеспечение заданной температуры образца

* Максимальное массовое разрешение прибора на линии Si в режиме высокого массового разрешения

** Максимальное пространственное разрешение достигается в режиме высокого пространственного разрешения и зависит от минимального диаметра пучка первичных ионов

2.3. Источники приборных погрешностей.

2.3.1. Источник ионов масс-спектрометра. Источником ионов во времяпролетном вторично-ионном масс-спектрометре TOF-SIMS.5-100P является жидкометаллический висмутовый эмиттер. Нестабильность тока эмиттера приводит к нестабильности выхода вторичных ионов, что вносит погрешность в измерение масс-спектров, и особенно существенно при измерении профилей и химических карт. Допустимое значение нестабильности тока эмиттера составляет 4%.

2.3.2. Апертура висмутовой пушки. С увеличением времени эксплуатации апертура электронно-оптической системы источника растравливается ионным пучком, что приводит к увеличению минимально возможного диаметра ионного пучка, и, таким образом, пространственное разрешение анализа уменьшается. На конец срока службы апертуры уменьшение пространственного разрешения составляет 12%.

2.3.3. Погрешность перемещения моторизованного столика с держателем образца. При анализе участков поверхности, линейный размер которых составляет более 500 мкм, используется движение столика с держателем образца. Абсолютная погрешность перемещения столика составляет 0,1 мкм.

2.3.4. Погрешность определения температуры образца. При анализе образца при заданных температурах используется специальный держатель с нагревателем и охлаждающей медной шиной и термопарой для контроля температуры. Абсолютная погрешность измерения температуры образца составляет 0,1°C.

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии (МСВИ) является поверхностно-чувствительным методом, так как вторичные ионы выбиваются из верхних одного-двух атомных слоев. Размеры группы соударений довольно малы, и вторичные ионы испускаются с области нескольких нанометров в диаметре. Поэтому при хорошей фокусировке пучка первичных ионов метод МСВИ может быть использован для микроанализа с высоким пространственным разрешением.

Различают динамический и статический режимы метода вторично-ионной масс-спектрометрии. Поскольку в основе метода лежит выбивание атомов с поверхности исследуемого образца, это свойство может быть использовано для направленного управляемого травления твердого тела для получения информации о глубоком распределении элементов. Этот динамический режим метода МСВИ широко применяется для анализа тонких пленок, слоистых структур и примесных профилей. Для того чтобы получить необходимую химическую информацию об исходной неповрежденной поверхности, плотность первоначальных ионов должна оставаться достаточно низкой ($<10^{13}$ см⁻²) для предотвращения чрезмерного разрушения поверхности. Этот, так называемый, статический режим метода МСВИ повсеместно применяется для описания молекулярных структур поверхностей.

Масс-спектрометр TOF-SIMS.5-100P позволяет проводить качественный анализ элементного и молекулярного состава твердофазных образцов в диапазоне масс 1-10000 а.м. (с точностью от 10 ppm до 1000 ppm в зависимости от измеряемой массы), в интервале температур -150÷600°C ($\pm 1^\circ\text{C}$). Энергия ионного пучка травления задается в диапазоне от 250 эВ до 2 кэВ, что позволяет измерять как ультратонкие слои (~10 нм), так и профили легирования или диффузии до 50 мкм по глубине образца. Линейный размер области анализа может быть задан от 1 мкм до 500 мкм (± 1 мкм) за счет раstra и до 1 см² (± 5 мкм) за счет перемещения стола, размер области ионного травления при профилировании – от 10 до 1000

мкм (± 1 мкм). Чувствительность метода с использованием данного прибора достигает 10^{16} ат/см³.

3.2. Теоретическая оценка погрешности.

Метод времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии обладает высокой локальностью. Масс-спектрометр TOF-SIMS.5-100P предоставляет возможность использования одного из двух основных режимов: с высоким массовым разрешением или с высоким пространственным разрешением. Предельно короткие ионные импульсы с продолжительностью менее 1 нс используются для получения высокого массового разрешения. Эти ионные импульсы формируются из непрерывного пучка с помощью пульсирующего элемента и сжимаются во времени с помощью электродинамических полей. Массовое разрешение метода составляет 10^4 в режиме с высоким массовым разрешением и 10^2 в режиме с высоким пространственным разрешением. Пространственное разрешение метода определяется минимальным размером пучка первичных ионов и составляет 60 нм в режиме с высоким пространственным разрешением и 2 мкм в режиме с высоким массовым разрешением.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

К работе на времяпролетном вторично-ионном масс-спектрометре TOF-SIMS.5-100P допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности, прошедшие медицинское освидетельствование, включенные в список персонала категории «А». Требования по безопасности при проведении измерений на приборе TOF-SIMS.5-100P соответствуют изложенным в инструкциях:

- №1 Инструкция по технике безопасности для сотрудников ИФТТ РАН;
- №2 Инструкция по технике безопасности при работе на электрических установках в научных подразделениях;
- №4 Инструкция по технике безопасности при работе со сжатыми, сжиженными и растворенными газами;
- №221 Инструкция по технике безопасности при работе с легковоспламеняющимися и огнеопасными жидкостями.

Источником опасного напряжения являются источник бесперебойного питания, электрические цепи с переменным напряжением свыше 42 В, высоковольтный источник питания колонны анализатора и ионных пушек.

Перед началом работы необходимо проверить заземление корпуса масс-спектрометра, электронных стоек управления. Сопротивление между зажимом заземления и любой,

подлежащей защитному заземлению частью не должна превышать 0,1 Ом. Все токопроводящие части должны быть закрыты и недоступны для случайного прикосновения.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К эксплуатации времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра TOF-SIMS.5-100P допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющие медицинских противопоказаний, прошедшие специальный инструктаж по технике безопасности, прошедшие медицинское освидетельствование, изучившие документацию по эксплуатации времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра Acceptance Performance Specifications TOF-SIMS.5, прошедшие инструктаж, сдавшие экзамен на право работы на масс-спектрометре.

К уровню подготовки оператора масс-спектрометра, осуществляющего элементный анализ методом времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии, предъявляются следующие требования. Оператор должен знать основные принципы работы времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра и основных его узлов, знать все режимы получения масс-спектров при помощи данного оборудования и ориентироваться в выборе режима в зависимости от цели исследования и с учетом специфики образца. Кроме того, для оператора необходим практический навык работы с масс-спектрометром, а именно: закрепление образца в держателе, установка держателя в загрузочной камере масс-спектрометра и введение его в главную вакуумную камеру, проведение рутинных юстировок и получение спектров, изображений и профилей в различных режимах, а также знание органов управления и программного обеспечения времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра TOF-SIMS.5-100P и умение использования его для получения и полноценной обработки данных.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1. Требования к помещению.

Помещение должно быть сухим и отапливаемым с естественным и искусственным освещением в соответствии с действующими нормами для лабораторных помещений.

Для обеспечения температуры воздуха в пределах от 18°C до 23°C и влажности до 80% рабочее помещение следует оборудовать кондиционером. Кондиционер следует устанавливать таким образом, чтобы возникающий при его работе градиент температур не превышал 0,4°C/м.

Необходимо иметь источник бесперебойного питания с подключением к силовому электроснабжению с напряжением 220 В.

Помещение должно иметь заземляющий контур, электрическое сопротивление которого должно быть не более 4 Ом.

При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (22 ± 3) °C; важно соблюдать стабильность температуры в ходе проведения экспериментов (допускается изменение комнатной температуры не более чем на 0.5 °C/час)
- атмосферное давление $(84 \div 106,7)$ кПа $((690 \div 800)$ мм рт. ст.);
- относительная влажность воздуха не более 80% при температуре 23°C;
- уровень магнитных полей должен быть не более 350 нТл в горизонтальном и не более 650 нТл в вертикальном направлениях;
- акустический шум не должен превышать 52 дБ.

6.2. Требования к образцу.

Образец для измерения должен быть твердофазным при температуре измерения, прочным.

Порошки, предназначенные для измерения, должны быть спрессованы в таблетки.

Параметры образца не должны превышать 60×60×80 мм.

Скорость дегазации или испарения вещества с поверхности образца не должна превышать порядка 10^{-15} г/с в условиях проведения анализа.

6.3. Требования к ходу выполнения измерений.

Перед началом измерений элементного состава методом времяпролетной МСВИ масс-спектрометр TOF-SIMS.5-100P должен быть настроен и съюстирован согласно прилагающейся к нему инструкции Acceptance Performance Specifications TOF-SIMS.5.

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. Подготовка образцов для анализа методом времяпролетной вторично-ионной масс-спектрометрии.

Подготовка образца для анализа во времяпролетном вторично-ионном масс-спектрометре TOF-SIMS.5-100P определяется целью исследования и состоит в обеспечении соответствия параметров образца требованиям, изложенным в п.6.2.

Необходимо отметить, что анализ поверхности образца является неразрушающим, в то время как измерение профиля элементного состава образца проводится при ионном травлении образца и является разрушающим.

В случае анализа пористых или влагосодержащих образцов необходимо для поддержания чистоты камеры и достижения хорошего вакуума минимизировать содержание воды в образце, для этого используется сушильный шкаф.

Для удовлетворительного результата профилирования по глубине образец должен быть отполирован до шероховатости не более 0.1 мкм, поскольку для калибровки профиля необходимо оценить (с помощью профилометра или микроскопа) глубину кратера после процедуры ионного травления.

Кроме того, для некоторых задач может потребоваться предварительная подготовка поперечного шлифа образца. Для обеспечения качественной заливки образца компаундом рекомендуется проводить процесс заливки в специально предназначенной вакуумной импрегнационной системе.

Информация об оборудовании для пробоподготовки содержится в п. 2.1. При подготовке образца допускается использование оборудования, аналогичного указанному.

7.2. Установка образцов в камере масс-спектрометра.

Для установки образца в камере масс-спектрометра используются различные типы держателей. Обычно в комплект поставки микроскопа входят стандартный закрытый держатель, который используется для плоскопараллельных образцов небольших размеров (до 8×15×30 мм) и открытый держатель для образцов больших размеров или неплоскопараллельных. Кроме того, поставляется также держатель образцов с нагревателем и охлаждающей шиной, позволяющий исследовать образцы при различных температурах. Приготовленный образец фиксируется в выбранном в зависимости от задачи исследования и типа образца держателе с помощью прижимных элементов и винтов и закрепляется на магнитном манипуляторе в загрузочной камере масс-спектрометра. После достижения вакуума $8 \cdot 10^{-6}$ mbar держатель вводится в главную вакуумную камеру масс-спектрометра согласно прилагающемуся к прибору TOF-SIMS.5-100P техническому руководству по эксплуатации Acceptance Performance Specifications TOF-SIMS.5.

7.3. Настройка масс-спектрометра.

После введения держателя с образцом в камеру масс-спектрометра требуется подать напряжение на ионные пушки прибора и анализатор и произвести ряд действий для юстировки ионных пучков и настройки параметров анализатора. При каждом включении прибора производится контроль тока первичных ионов (Bi, Cs, O₂) и контроль диаметра ионного пучка. Процедура настройки масс-спектрометра для измерений определяется

задачей исследования. Данная методика выполнения измерений с применением TOF-SIMS.5-100P позволяет решать следующие задачи:

- анализ элементного состава поверхности;
- получение изображения поверхности в элементном контрасте;
- анализ профиля элементного и молекулярного состава по глубине образца;
- получение трехмерных картин распределения элементов;
- исследование образцов в широком интервале температур.

Настройки масс-спектрометра выполняются в автоматическом режиме при помощи соответствующих функций прилагающегося программного обеспечения. Эти операции подробно описаны в руководстве пользователя масс-спектрометра Acceptance Performance Specifications TOF-SIMS.5.

7.4. Выбор участка для анализа.

После выполнения и проверки необходимых настроек выбирается участок для анализа. Он должен быть по возможности плоским и представлять научный интерес в соответствии с задачей исследования.

Обнаружив подходящее место, следует произвести подстройку расстояния между экстрактором и поверхностью образца, а также, в случае непроводящих образцов, включить электронную пушку для компенсации заряда поверхности и подстроить анализатор масс-спектрометра согласно руководству пользователя Acceptance Performance Specifications TOF-SIMS.5. Кроме того, в ряде случаев (за исключением исследования слоистых структур и профилей) целесообразной является кратковременная ионная очистка выбранного для анализа участка образца.

8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Получение масс-спектров при помощи времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра производится в соответствии с техническим руководством пользователя данного оборудования. На полученном спектре необходимо при помощи соответствующих функций прилагающегося программного обеспечения идентифицировать обнаруженные пики масс и произвести таким образом предварительный качественный элементный анализ выбранного участка, после чего становится возможным измерение профилей распределения элементов или химических карт для интересующих элементов.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Обработка спектра при помощи программного обеспечения масс-спектрометра.

После завершения анализа производится окончательная обработка полученных результатов. При измерении образца сохраняются все данные, что позволяет позже виртуально многократно повторять эксперимент без наличия самого образца (возможность ретроспективного анализа).

9.2. Статистическая обработка результатов эксперимента.

В целях более точного определения элементного состава выбранной области можно производить несколько измерений её элементного состава. Рекомендуется проводить 3-5 измерений в пределах одного участка образца.

10. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений оформляются в виде Протокола измерений (см. Приложение 1). В таблицу протокола вносятся те элементы, пики которых были обнаружены в экспериментально полученном спектре и подвергнуты анализу при помощи программного обеспечения, поставляемого вместе с масс-спектрометром. Количество строк таблицы соответствует количеству проведённых измерений (обычно 3-5). Результаты измерений химических карт, профилей и трехмерного распределения элементов представляются в Приложении к Протоколу в виде изображений и таблиц с указанием элементов, интенсивностей соответствующих пиков масс-спектров, координат, времени и температуры.

11. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности результатов измерений проводится с целью обеспечения требуемой точности результатов в процессе текущих измерений. Контроль точности результатов измерений предусматривает контроль повторяемости и воспроизводимости результатов измерений.

В данной методике измерений контролируется повторяемость элементного состава при многократном изучении этого состава на одном участке образца.

В условиях повторяемости и воспроизводимости (выбран один режим работы масс-спектрометра) при многократном анализе элементного состава одного и того же участка между результатами повторных измерений допускается расхождение 10%.

При превышении норматива контроля повторяемости эксперимент вновь повторяют. При повторном превышении указанного предела, измерения приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Результаты контроля записывают в протокол.

Воспроизводимость (R) результатов измерений определялась путем выполнения измерений на аттестованном стандартном образце состава класса СОП. Воспроизводимость (R) результатов измерений вычисляется по формулам ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002.

12. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Величины погрешностей при измерении элементного состава образцов контролируются при выполнении настроек прибора и не должны превышать указанных в таблице 3 значений.

Таблица 3.

Погрешности измерений элементного анализа образцов методом времяпролетной МСВИ с использованием прибора TOF-SIMS.5-100P

Измеряемая величина	Пределы измерений	Погрешности измерений
Масса иона	(1÷10000) а.е.м.	В режиме высокого массового разрешения относительная погрешность $m/\Delta m=10^4$. В режиме высокого пространственного разрешения относительная погрешность $m/\Delta m=10^2$.
Карта распределения элементов по поверхности	100 нм÷1000 мкм при концентрации измеряемых частиц не менее $10^{14}/\text{см}^3$	В режиме высокого массового разрешения абсолютная погрешность 2 мкм. В режиме высокого пространственного разрешения абсолютная погрешность 60 нм
Профиль распределения элементов по глубине	1 нм÷100 мкм при концентрации измеряемых частиц не менее $10^{14}/\text{см}^3$	Абсолютная погрешность в определении профиля распределения элементов по глубине 3 нм.
Температура образца	(-200÷650)°C	Абсолютная погрешность 0,1°C

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Протокол измерений

№ изм.	Измеренные значения интенсивностей пиков элементов, отн.ед.									
	H	C ¹²	C ¹³	O ¹⁶	O ¹⁸	F				
1										
2										
3										
4										
Среднее значение, %										
Стандартное отклонение										

Название файла:

Приложение 1: изображения химических карт распределения элементов по поверхности.

Приложение 2: изображения профилей распределения элементов по глубине.

Приложение 3: изображения профилей элементов по температуре.

Приложение 4: изображения трехмерного распределения элементов.

Измерения выполнил:

Результаты проверил: