



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об утверждении типа средств измерений

GB.E.38.036.A № 48212

Срок действия бессрочный

НАИМЕНОВАНИЕ ТИПА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ

**Спектрометры рентгеновские фотоэлектронные AXIS ULTRA DLD с модулем
оже-спектроскопии**

ЗАВОДСКИЕ НОМЕРА C332722, C332678

ИЗГОТОВИТЕЛЬ

Фирма Kratos Analytical Limited, Великобритания

РЕГИСТРАЦИОННЫЙ № 51313-12

ДОКУМЕНТ НА ПОВЕРКУ

МП 51313-12

ИНТЕРВАЛ МЕЖДУ ПОВЕРКАМИ 1 год

Тип средств измерений утвержден приказом Федерального агентства по
техническому регулированию и метрологии от **21 сентября 2012 г. № 775**

Описание типа средств измерений является обязательным приложением
к настоящему свидетельству.

Заместитель Руководителя
Федерального агентства



[Handwritten signature]

Ф.В.Булыгин

" 04 " 10 2012 г.

Серия СИ

№ 006727

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Спектрометры рентгеновские фотоэлектронные AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии

Назначение средства измерений

Спектрометр рентгеновские фотоэлектронные AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии (далее – приборы) предназначены для измерений зависимостей тока фото- и оже-электронов от энергии связи или кинетической энергии данных электронов, а также получения увеличенных изображений исследуемого объекта в режиме сканирующего электронного микроскопа.

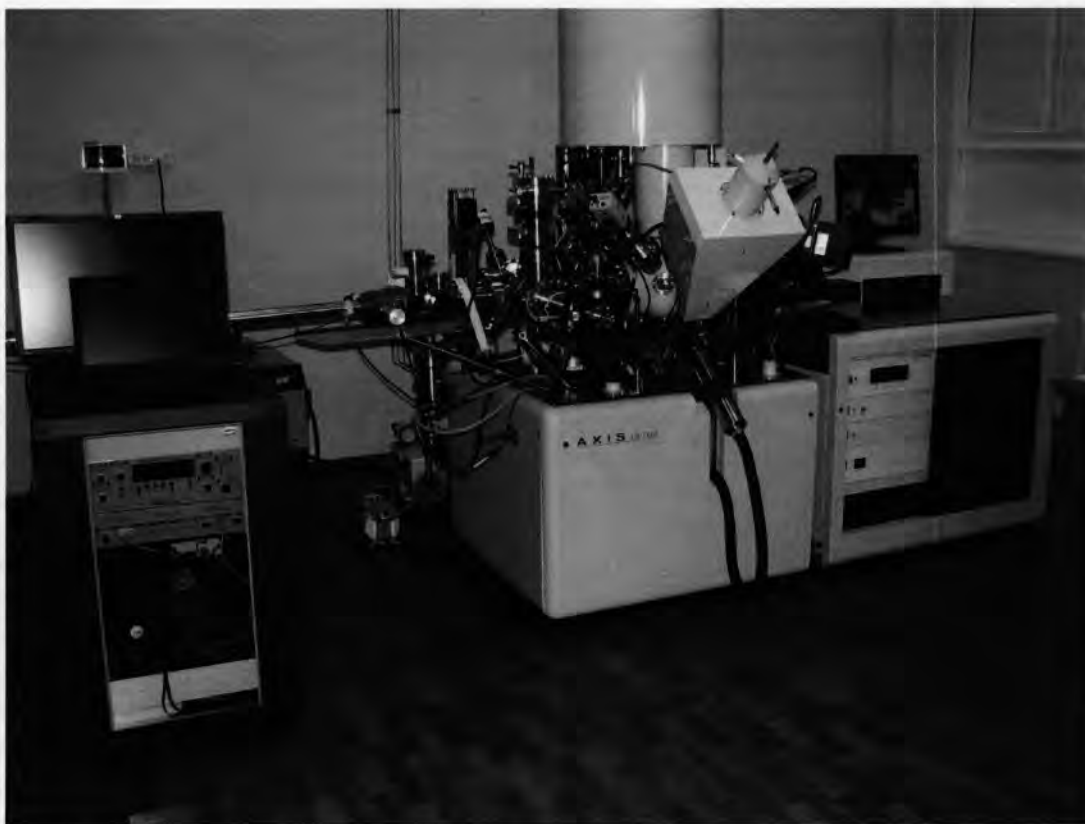


Рис. 1. Общий вид спектрометров рентгеновских фотоэлектронных AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии.

Описание средства измерений

Принцип действия приборов основан на явлениях испускания электронов характеристических энергий твердым объектом под воздействием электромагнитного излучения ультрафиолетового и рентгеновского диапазона (фото- и рентгенофотоэлектронная эмиссия) и электронного облучения электронами с энергией от 3 до 10 кэВ (оже-электронная эмиссия).

В режиме рентгенофотоэлектронной спектromетрии исследуемый объект, помещенный в сверхвысоковакуумную камеру облучают электромагнитным излучением ультрафиолетового или рентгеновского диапазона (характеристическое излучение Al или Mg). Электроны, выходящие из поверхностного слоя исследуемого объекта, поступают в электронный спектрометр, который позволяет регистрировать зависимость тока фотоэлектронов от их кинетической энергии (или от энергии связи электронов в твердом теле). В режиме оже-электронной спектromетрии информативный сигнал возбуждают пучком электронов с энергией в несколько килоэлектронвольт. При этом в спектрометр поступают возникающие в этом случае вторичные электроны, в том числе оже-электроны, имеющие характеристические энергии.

Приборы состоят из сверхвысоковакуумной камеры, электронного и рентгеновских источников возбуждения, ионных пушек для очистки поверхности образца, электронного спектрометра, стойки управления, ПЭВМ и интерфейса, связывающего ПЭВМ и стойку управления спектрометром.

Программное обеспечение

Управление прибором осуществляется с помощью внешней ПЭВМ с использованием специализированного программного обеспечения (ПО).

Защита программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «С» по МИ 3286-2010.

Идентификационные данные программного обеспечения представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии ПО	Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
Программа управления процессом измерений и обработки результатов измерений, версия	Vision 2.2.8 for Windows XP	CDR6000 AG Rev 0	2744248671643852C B699B98F33C35C64 A696582BE72D49D7 B0B91BF61313501	ГОСТ Р 34.11-94

Метрологические и технические характеристики

Метрологические и технические характеристики приведены в Таблице 2.

Таблица 2.

Наименование характеристики	Значение
Диапазон регистрируемых энергий электронов, эВ, не менее	3000
Пределы допускаемой погрешности измерений энергии фото- и оже-электронов при стабилизированной температуре окружающей среды ($22 \pm 0,5$) °C, мэВ	± 5
Пределы допускаемой погрешности измерений энергии фото- и оже-электронов при температуре окружающей среды (22 ± 5) °C, мэВ	± 20
Энергетическое разрешение на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 10 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), эВ, не более	0,48
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 10 эВ, энергетическое разрешение 0,48 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), имп/с, не менее	75000
Энергетическое разрешение на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), эВ, не более	0,60
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,6 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), имп/с, не менее	250000
Энергетическое разрешение на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Mg – анода полихроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 30 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), эВ, не более	0,80
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Mg – анода полихроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,80 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), имп/с, не менее	1200000

Наименование характеристики	Значение
Энергетическое разрешение на линии (O-C=O) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 700×300 мкм), эВ, не более	0,68
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) на линии (C-C, C-N) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника (напряжения на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,68 эВ, размер анализируемой области 700×300 мкм), эВ, не более	16000
Отношение сигнал/шум при регистрации оже-электронов (энергия пуска первичных электронов 10 кэВ, ток 5 нА) на линии меди Cu LMM, не менее	500
Пространственное разрешение (ширина кривой набегания от уровня 20% до уровня 80% от максимального значения в режиме регистрации вторичных электронов при ускоряющем напряжении 10 кВ и токе пучка электронов 5 нА), нм, не более	100
Габаритные размеры (длина x ширина x высота), мм, не более	950×3000×2090
Масса, кг, не более	1200
Условия эксплуатации:	
- температура окружающей среды, °С	22 ± 5
- максимальное изменение температуры за 1 час, °С	1
- атмосферное давление, кПа	101,0 ± 1,4
- относительная влажность воздуха, %, не более	65
- напряжение питания от сети переменного тока частотой (50±1) Гц, В	220 ± 10
- скорость вибраций в полосе частот от 1 до 100 Гц, мм/с, не более	12,5
- амплитуда переменного магнитного поля в полосе частот от 5 до 200 кГц, Тл, не более	2·10 ⁻⁶
- индукция постоянного магнитного поля, мТл, не более	0,1

Знак утверждения типа

Знак утверждения типа наносится в виде наклейки на прибор и титульный лист технической документации фирмы-изготовителя типографским способом.

Комплектность средства измерений

В комплект прибора входят: спектрометр рентгеновский фотоэлектронный AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии, комплект ЗИП, расходные материалы, техническая документация фирмы-изготовителя.

Поверка

осуществляется по документу МП 51313-12 «Спектрометры рентгеновские фотоэлектронные AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии фирмы «Kratos Analytical Limited» (Великобритания). Методика поверки», утвержденному руководителем ГЦИ СИ ОАО «НИЦПВ» в июне 2012 г.

Средства поверки: серебро марки Ср 99,2 по ГОСТ 6836-2002, медь марок М0к, М1к или М2к по ГОСТ 859-2001, полиэтилентерефталат ориентированный толщиной 50 мкм марки ES301250 фирмы «Goodfellow Cambridge Ltd.», Великобритания, сетка для электронной микроскопии золотая специальной формы NHF15A фирмы «PLANO GmbH», Германия.

Сведения о методиках (методах) измерений

Руководство оператора «KRATOS AXIS ULTRA DLD», раздел 3.

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к спектрометрам рентгеновским фотоэлектронным AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии

Техническое описание «Спектрометр рентгеновский фотоэлектронный AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии фирмы Kratos Analytical Limited, Великобритания».

Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

Применяются вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Изготовитель

Фирма Kratos Analytical Limited, Великобритания,
Trafford Wharf Road, Wharfside, Manchester, M17, 1GP, United Kingdom.
Телефон: 44 (0) 161 888 4412. Факс: 44 (0) 161 888 4402. E-mail: adam.roberts@kratos.co.uk

Заявитель

Фирма Technoinfo Ltd, Великобритания
Адрес представительства в России: 121248, г. Москва,
Кутузовский проспект, д. 9, корп. 2а, офис 77
Тел./Факс: (499) 243-66-26. Эл. почта: sales@technoinfo.ru

Испытательный центр

ГЦИ СИ ОАО «НИЦПВ», аттестат аккредитации № 30036-10.
Адрес: 119421, г. Москва, ул. Новаторов 40, корп. 1.
Тел. (495) 935-97-77, 935-97-66. Тел./Факс: 935-96-90. E-mail: fgupnicpv@mail.ru

Заместитель
Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии



М.п.

Ф.В.Булыгин

«04» 10 2012 г.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГИИ СИ ОАО «НИЦПВ»

А.Ю.Кузин

2012 г.



**Спектрометры рентгеновские фотоэлектронные
AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии
фирмы Kratos Analytical Limited (Великобритания)**

Методика поверки

Настоящая методика распространяется на спектрометры рентгеновские фотоэлектронные AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии, зав. №№ С332722 и С332678 фирмы Kratos Analytical Limited, Великобритания, (далее – приборы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняются 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	6.1	да	да
2	Опробование прибора	6.2	да	да
3	Определение диапазона регистрируемых энергий электронов	6.3.1	да	да
4	Определение погрешности измерений энергии фото- и оже-электронов	6.3.2	да	да
5	Определение энергетического разрешения на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 10 эВ	6.3.3	да	да
6	Определение интенсивности линии (тока фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 10 эВ и энергетическом разрешении 0,48 эВ	6.3.3	да	да
7	Определение энергетического разрешения на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 20 эВ	6.3.4	да	да
8	Определение интенсивности линии (тока фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 20 эВ и энергетическом разрешении 0,60 эВ	6.3.4	да	да
9	Определение энергетического разрешения на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Mg – анода полихроматического источника при энергии пропускания 20 эВ	6.3.5	да	да
10	Определение интенсивности линии (тока фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Mg – анода полихроматического источника при энергии пропускания и энергетическом разрешении 0,80 эВ, размер анализируемой области 10 мкм.	6.3.5	да	да
11	Определение энергетического разрешения на линии (O-C=O) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 20 эВ	6.3.6	да	да
12	Определение интенсивности линии (тока фотоэлектронов) на линии (C-C, C-H) в полиэтилентерефталате для Al – анода источника при энергии пропускания 20 эВ и энергетическом разрешении 0,68 эВ	6.3.7	да	да
13	Измерение отношения сигнал/шум при регистрации оже-электронов на линии меди Cu LMM	6.3.8	да	да
14	Измерение пространственного разрешения в режиме регистрации вторичных электронов	6.3.9	да	да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяются следующие средства поверки:

1. Серебро марки Ср 99,2 по ГОСТ 6836-2002 (далее – поверочный образец № 1).
2. Медь марок М0к, М1к или М2к по ГОСТ 859-2001 (далее - поверочный образец № 2).
3. Полиэтилентерефталат ориентированный толщиной 50 мкм марки ES301250 фирмы Goodfellow Cambridge Ltd., Великобритания (далее – поверочный образец № 3).
4. Сетка для электронной микроскопии золотая специальной формы NHF15A фирмы PLANO GmbH, Германия (далее – поверочный образец № 4).

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие соответствующее обучение и имеющие опыт работы с масс-спектрометрическими средствами измерений;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации прибора и методику его поверки.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

5.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|---|-------------------|
| - температура окружающей среды, °C | 22 ± 5^1 ; |
| - максимальное изменение температуры за 1 час, °C | 1; |
| - атмосферное давление, кПа | $101,0 \pm 1,4$; |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 65; |
| - напряжение питания от сети переменного тока частотой (50 ± 1) Гц, В | 220 ± 10 . |

5.2 Подготовку прибора к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

5.4. Перед проведением поверки прибор должен быть выдержан в рабочем состоянии не менее 24 часов.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

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

¹ Кроме п.6.3.2.1, где требуется специальный температурный режим

6.2 Опробование

В процессе опробывания необходимо провести следующие операции:

6.2.1 Включить прибор и в соответствии с инструкцией по эксплуатации подготовить его к проведению измерений.

6.2.2 В соответствии с инструкцией по эксплуатации проверить давление и температуру охлаждающей жидкости в системе, расход охлаждающей жидкости в монохроматоре, магните и рентгеновском источнике.

6.2.3 В соответствии с инструкцией по эксплуатации измерить остаточное давление в камере спектрометра.

Прибор считается годным к поверке, если:

- давление охлаждающей жидкости, атм, не менее	4;
- температура охлаждающей жидкости, °С, не более	20;
- расход охлаждающей жидкости в монохроматоре, л/мин, не менее	4;
- расход охлаждающей жидкости в магните, л/мин, не менее	1;
- расход охлаждающей жидкости в рентгеновском источнике, л/мин, не менее	2,5;
- остаточное давление после использования сублимационного насоса, мм рт.ст., не более	$5 \cdot 10^{-10}$;
- остаточное давление без использования сублимационного насоса, мм рт.ст., не более	$1 \cdot 10^{-9}$.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение диапазона регистрируемых энергий электронов

Установить в прибор поверочный образец № 1. Выбрать участок для анализа и привести ионную очистку поверхности. Установить энергии первичных электронов 3000 эВ и произвести запись обзорного спектра энергий электронов. Убедится в наличии на электронном спектре характерного пика упруго рассеянных электронов при значении энергии 3000 эВ.

Прибор считается годным, если на электронном спектре наблюдается указанный пик упруго рассеянных электронов.

6.3.2 Определение погрешности измерений энергии фото- и оже-электронов

6.3.2.1 Определение погрешности измерений энергии фото- и оже-электронов при стабилизированной температуре окружающего воздуха ($22,0 \pm 0,5$) °С

Прибор должен быть выдержан в указанных стабилизированных условиях не менее 24 часов.

Установить следующие параметры и режимы прибора:

- источник рентгеновского излучения – монохроматический с Al – анодом;
- напряжение на источнике 15 кВ;
- ток источника 40 мА,
- энергия пропускания 10 эВ;
- размер анализируемой области 110 мкм.

Установить на держатель образца поверочный образец № 1 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации загрузить его в прибор. 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 максимального пика серебра.

Используя программное обеспечение осуществить 10 раз набор спектра фотоэлектронов в течение 500 с в диапазоне энергий связи от 365 до 372 эВ.

С использованием штатного программного обеспечения для всех полученных спектров произвести вычитание фона и рассчитать положение максимума линии Ag 3d_{5/2} E_{Ag*i*} (i = 1,.....,10), эВ. Для расчета точного положения допускается использовать параболическую аппроксимацию вершины пика.

Погрешность измерений энергии фото- и оже-электронов при доверительной вероятности P = 0,95 ΔE_{Ag} вычислить по формуле:

$$\Delta E_{Ag} = 0,238 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (E_{Ag i} - \overline{E_{Ag}})^2},$$

где $\overline{E_{Ag}} = 0,1 \cdot \sum_{i=1}^{10} E_{Ag i}$.

Прибор считается годным, если значение ΔE_{Ag} находится в пределах ±5 мэВ.

6.3.2.2 Определение погрешности измерений энергии фото- и оже-электронов при стабилизированной температуре окружающего воздуха (22,0±5,0) °C

Предварительно убедиться, что суточный ход температуры находится в пределах указанных условий.

Установить следующие параметры и режимы прибора:

- источник рентгеновского излучения – монохроматический с Al – анодом;
- напряжение на источнике 15 кВ;
- ток источника 40 мА,
- энергия пропускания 10 эВ;
- размер анализируемой области 110 мкм.

Установить на держатель образца поверочный образец № 1 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации загрузить его в прибор. 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 максимального пика серебра.

Используя программное обеспечение задать следующий режим измерений: с интервалом в 2 часа осуществить 10 раз набор спектра фотоэлектронов в течение 500 с в диапазоне энергий связи от 365 до 372 эВ.

С использованием штатного программного обеспечения для всех полученных спектров произвести вычитание фона и рассчитать положение максимума линии Ag 3d_{5/2} E_{Ag*i*} (i = 1,.....,10), эВ. Для расчета точного положения допускается использовать параболическую аппроксимацию вершины пика.

Погрешность измерений энергии фото- и оже-электронов при доверительной вероятности P = 0,95 ΔE_{Ag} вычислить по формуле:

$$\Delta E_{Ag} = 0,238 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (E_{Agi} - \overline{E_{Ag}})^2},$$

где $\overline{E_{Ag}} = 0,1 \cdot \sum_{i=1}^{10} E_{Agi}$.

Прибор считается годным, если значение ΔE_{Ag} находится в пределах ± 30 мэВ.

6.3.3 Определение энергетического разрешения и интенсивности линии (тока фотоэлектронов) на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 10 эВ

Установить следующие параметры и режимы прибора:

- источник рентгеновского излучения – монохроматический с Al – анодом;
- напряжение на источнике 15 кВ;
- ток источника 40 мА,
- энергия пропускания 10 эВ;
- размер анализируемой области 110 мкм.

Установить на держатель образца поверочный образец № 1 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации загрузить его в прибор. 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 максимального пика серебра.

Используя программное обеспечение осуществить набор спектра фотоэлектронов в течение 500 с в диапазоне энергий связи от 365 до 372 эВ.

С использованием штатного программного обеспечения для полученного спектра произвести вычитание фона и рассчитать и энергетическое разрешение (полная ширина линии на половине высоты – далее ПШПВ) и интенсивность для линии $Ag 3d_{5/2}$.

Прибор считается годным, если энергетическое разрешение на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ при энергии пропускания 10 эВ не более 0,48 эВ, а интенсивность этой линии при указанном разрешении не менее 75000 имп/с.

6.3.4 Определение энергетического разрешения интенсивности линии (тока фотоэлектронов) на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 20 эВ

Установить следующие параметры и режимы прибора:

- источник рентгеновского излучения – монохроматический с Al – анодом;
- напряжение на источнике 15 кВ;
- ток источника 40 мА,
- энергия пропускания 20 эВ;
- размер анализируемой области 110 мкм.

Установить на держатель образца поверочный образец № 1 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации загрузить его в прибор. 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 максимального пика серебра.

Используя программное обеспечение осуществить набор спектра фотоэлектронов в течение 500 с в диапазоне энергий связи от 365 до 372 эВ.

С использованием штатного программного обеспечения для полученного спектра произвести вычитание фона и рассчитать и энергетическое разрешение (полная ширина линии на половине высоты – далее ПШПВ) и интенсивность для линии Ag 3d_{5/2}.

Прибор считается годным, если энергетическое разрешение на линии серебра Ag3d_{5/2} при энергии пропускания 20 эВ не более 0,60 эВ, а интенсивность этой линии при указанном разрешении не менее 250000 имп/с.

6.3.5 Определение энергетического разрешения и интенсивности линии (тока фотоэлектронов) на линии серебра Ag3d_{5/2} для Mg – анода полихроматического источника при энергии пропускания 20 эВ

Установить следующие параметры и режимы прибора:

- источник рентгеновского излучения – полихроматический с Mg – анодом;
- напряжение на источнике 15 кВ;
- ток источника 30 мА,
- энергия пропускания 20 эВ;
- размер анализируемой области 110 мкм.

Установить на держатель образца поверочный образец № 1 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации загрузить его в прибор. 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 максимального пика серебра.

Используя программное обеспечение осуществить набор спектра фотоэлектронов в течение 500 с в диапазоне энергий связи от 365 до 372 эВ.

С использованием штатного программного обеспечения для полученного спектра произвести вычитание фона и рассчитать и энергетическое разрешение (полная ширина линии на половине высоты – далее ПШПВ) и интенсивность для линии Ag 3d_{5/2}.

Прибор считается годным, если энергетическое разрешение на линии серебра Ag3d_{5/2} при энергии пропускания 20 эВ не более 0,80 эВ, а интенсивность этой линии при указанном разрешении не менее 1200000 имп/с.

6.3.6 Определение энергетического разрешения на линии (O-C=O) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 20 эВ

Установить следующие параметры и режимы прибора:

- источник рентгеновского излучения – монохроматический с Al – анодом;
- напряжение на источнике 15 кВ;
- ток источника 40 мА,
- энергия пропускания 20 эВ;
- размер анализируемой области 700×300 мкм.

Установить на держатель образца поверочный образец № 1 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации загрузить его в прибор. Выбрать участок для анализа. Включить систему нейтрализации заряда. Произвести запись спектра фотоэлектронов в диапазоне энергий связи от 280 до 300 эВ. Произвести с использованием программного обеспечения спектрометра разложение полученного спектра на компоненты, предполагая наличие трех компонент с энергиями (приблизительно):

линия 1 285 эВ;

линия 2 286 эВ;

линия 3 288 эВ (соответственно). Линия 3 с максимальной энергией соответствует C1s в O-C=O. Произвести вычитание фона и рассчитать энергетическое разрешение для этой линии.

Прибор считается годным, если энергетическое разрешение на линии (O-C=O) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника при энергии пропускания 20 эВ не более 0,68 эВ.

6.3.7 Определение интенсивности линии (тока фотоэлектронов) на линии (C-C, C-H) в полиэтилентерефталате для Al – анода источника при энергии пропускания 20 эВ и энергетическом разрешении 0,68 эВ

Используя данные, полученные в п.6.3.7 рассчитать суммарную интенсивность линий 1 и 2 (интенсивность линий (ток фотоэлектронов) C-C, C-H).

Прибор считается годным, если интенсивность линий (ток фотоэлектронов) (C-C, C-H) в полиэтилентерефталате для Al – анода источника при энергии пропускания 20 эВ и энергетическом разрешении 0,68 эВ не менее 16000 имп/с.

6.3.8 Измерение отношения сигнал/шум при регистрации оже-электронов на линии меди Cu LMM

Установить на держатель образца поверочный образец № 2 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации загрузить его в прибор. 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 максимального пика серебра.

Включить источник электронов и установить на нем ускоряющее напряжение 10 кВ.

Произвести запись спектра оже-электронов в диапазоне кинетических энергий от 600 до 1000 эВ. С помощью штатного программного обеспечения вычислить отношение сигнал/шум для линии Cu LMM (энергия эВ).

Прибор считается годным, если отношение сигнал/шум на линии Cu LMM не менее 500.

6.3.9 Измерение пространственного разрешения в режиме регистрации вторичных электронов

Установить в прибор поверочный образец № 4.

Включить режим растрового электронного микроскопа и установить ускоряющее напряжение 10 кВ.

Получить в соответствии с инструкцией по эксплуатации изображение поверочного образца в режиме регистрации вторичных электронов. Вывести край сетки (поверочный образец № 4) таким образом, чтобы он располагался вертикально посередине экрана. Добиться оптимальной фокусировки пучка. Записать изображение поверочного образца.

Из полученного изображения выделить видеосигнал (зависимость интенсивности (яркости) от пространственной координаты), усредненный по 10 строкам сканирования. Определить в пикселях расстояние между абсциссами точек, соответствующих 80% (x_{80}) уровню яркости и 20% (x_{20}) уровню яркости.

Значение пространственного разрешения l_{min} рассчитывают по формуле:

$$l_{min} = x_{80} - x_{20}$$

Прибор считается годным, если пространственное разрешение в режиме регистрации вторичных электронов не хуже 100 нм.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении А), который хранится в организации, проводившей поверку.

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

7.3 При отрицательных результатах поверки по пунктам 6.3.1 - 6.3.10 процедуру поверки следует повторить. Если повторные результаты поверки окажутся неудовлетворительными, то прибор запрещают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

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



М.Н.Филиппов

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №__ (от____)

Средство измерений: рентгеновский фотоэлектронный спектрометр AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии

Принадлежит: *(ненужное вычеркнуть)*

Федеральному государственному бюджетному учреждению науки «Институт физики твердого тела Российской академии наук», 142432, г. Черноголовка, Московская обл., ул.Академика Осипьяна д.2, ИФТТ РАН.

Химическому факультету Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова», 119991, Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3, ГСП-1, МГУ, химический факультет

1.Заводской номер – **C332722 C3326782** *(ненужное вычеркнуть)*.

2. Предприятие изготовитель: Kratos Analytical Limited (Великобритания)

3.Условия поверки:

- | | |
|---|-----------------------|
| - температура окружающего воздуха | _____ °C ² |
| - максимальное изменение температуры за 1 час, | _____ °C |
| - атмосферное давление, | _____ кПа |
| - максимальное значение относительной влажности воздуха | _____ % |
| - напряжение питания сети, | _____ В |
| - частота питающей сети | _____ Гц |

4.Средства поверки:

- 1) Серебро марки Ср 99,2 по ГОСТ 6836-2002.
- 2) Медь марок М0к, М1к или М2к по ГОСТ 859-2001.
- 3) Полиэтилентерефталат ориентированный толщиной 50 мкм марки ES301250 фирмы Goodfellow Cambridge Ltd., Великобритания.
- 4) Сетка для электронной микроскопии золотая специальной формы NHF15A фирмы PLANO GmbH, Германия.

5.Операции поверки

5.1 Внешний осмотр, проверка комплектности.

Вывод:_____

² Кроме операций по п. 6.3.2.1 методики поверки, где применен специальный температурный режим

5.2 Опробование:

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Давление охлаждающей жидкости	6.2.2	атм	>4		
Температура охлаждающей жидкости	6.2.2	°C	<20		
Расход охлаждающей жидкости в монохроматоре	6.2.2	л/мин	>4,0		
Расход охлаждающей жидкости в магните	6.2.2	л/мин	>1,0		
Расход охлаждающей жидкости в рентгеновском источнике	6.2.2	л/мин	>2,5		
Остаточное давление после использования сублимационного насоса	6.2.3	мм.рт.ст	$<5 \cdot 10^{-10}$		
Остаточное давление без использования сублимационного	6.2.3	мм.рт.ст	$<1 \cdot 10^{-9}$		

5.3 Определение метрологических характеристик

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Диапазон регистрируемых энергий электронов	6.3.1	эВ	>3000		
Погрешность измерений энергии фото- и оже-электронов в обычных условиях эксплуатации (температура окружающего воздуха $22,0 \pm 5,0$ °C, максимальное изменение температуры за 1 час 1 °C)	6.3.2.2	мэВ	± 30		
Погрешность измерений энергии фото- и оже-электронов в условиях стабилизации температуры в помещении (температура окружающего воздуха $22,0 \pm 0,5$ °C)	6.3.2.1	мэВ	± 5		
Энергетическое разрешение на линии серебра Ag3d5/2 для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 10 эВ, размер анализируемой области 110 мкм)	6.3.3	эВ	<0,48		
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра Ag3d5/2 для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 10 эВ, энергетическое разрешение 0,48 эВ, размер анализируемой области 110 мкм)	6.3.3	имп/с	>75000		
Энергетическое разрешение на линии серебра Ag3d5/2 для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 110 мкм)	6.3.4	эВ	<0,60		
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра Ag3d5/2 для Al – анода					

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,6 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), имп/с, не менее	6.3.4	имп/с	>250000		
Энергетическое разрешение на линии серебра Ag3d5/2 для Mg – анода полихроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 30 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 110 мкм)	6.3.5	эВ	<0,80		
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра Ag3d5/2 для Mg – анода полихроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,80 эВ, размер анализируемой области 110 мкм)	6.3.5	имп/с	>1200000		
Энергетическое разрешение на линии (O-C=O) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 700×300 мкм)	6.3.6	эВ	<0,68		
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) на линии (C-C, C-H) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника (напряжения на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,68 эВ, размер анализируемой области 700×300 мкм)	6.3.7	имп/с	>16000		
Отношение сигнал/шум при регистрации электронов (энергия пуска первичных электронов 10 кэВ, ток 5 нА) на линии меди Cu LMM	6.3.8	б/р	>500		
Пространственное разрешение (ширина кривой набегания от уровня 20% до уровня 80% от максимального значения) в режиме регистрации вторичных электронов при ускоряющем напряжении 10 кВ и токе пучка электронов 5 нА))	6.3.9	нм	<100		

Заключение: По результатам поверки рентгеновский фотоэлектронный спектрометр AXIS ULTRA DLD, зав. № C332722 C3326782 (*ненужное вычеркнуть*), признан **годным** *негодным* (*нужное подчеркнуть*) к эксплуатации.

Поверитель: _____

подпись

ФИО

« ____ » _____ 20 ____ г.

Исполнитель

ОАО «НИЦПВ»

119421, Москва, ул. Новаторов 40, к.1

ИНН 7728309630, КПП 772801001

р/с 40702810140020101095

ОАО «СБЕРБАНК РОССИИ»

к/с 30101810400000000225

БИК 044525225

Заказчик

ООО «АРТЕКС»

Российская Федерация, 109341,

г. Москва, ул. Братиславская, д.19, кор. 2

ИНН 7723771329, КПП 772301001

р/сч № 407028103000000002252

ООО «Банк Кремлевский»,

к/с 30101810600000000196

БИК 044579196, ИНН 7706006720

КПП 775001001, ОКПО 29299675

АКТ от «20» мая 2012 г.

сдачи-приемки работ

«Испытания для целей утверждения типа единичных
экземпляров средств измерений»,

выполняемых по договору № 31/11 от 25 ноября 2011 г.

Настоящий акт составлен о том, что Исполнитель, в лице заместителя генерального директора Открытого акционерного общества «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума» (ОАО «НИЦПВ»)) Кузина Александра Юрьевича сдал, а Заказчик, в лице генерального директора Общества с ограниченной ответственностью «АРТЕКС» (ООО «АРТЕКС») Скирды Оксаны Александровны, принял выполненные в соответствии с договором следующие работы:

- испытания для целей утверждения типа двух экземпляров рентгеновского фотоэлектронного спектрометра AXIS ULTRA DLD.

Перечисленные работы выполнены согласно утвержденному заданию и календарному плану в полном объеме.

Цена выполненных по договору работ составляет 250000 (Двести пятьдесят тысяч) рублей, в том числе НДС 18% 38135 (Тридцать восемь тысяч сто тридцать пять) 59 копеек.

Сумма аванса, перечисленная Исполнителю за выполненные работы, составила 250000 (Двести пятьдесят тысяч) рублей, в том числе НДС 18% 38135 (Тридцать восемь тысяч сто тридцать пять) 59 копеек.

Работу сдал:

От Исполнителя

Заместитель генерального директора

ОАО «НИЦПВ»



А.Ю.Кузин

Работу принял:

От Заказчика

Генеральный директор

ООО «АРТЕКС»



О.А. Скирда

А К Т

испытаний средства измерений в целях утверждения типа
спектрометров рентгеновских фотоэлектронных AXIS ULTRA DLD
с модулем оже-спектроскопии, Великобритания,
представленных фирмой Technoinfo Ltd., Великобритания

1 ГЦИ СИ ОАО «НИЦПВ», аттестат аккредитации № 30036-10, провел испытания в целях утверждения типа спектрометров рентгеновских фотоэлектронных AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии, зав. №№ С332722 и С332678, фирмы Kratos Analytical Limited (Великобритания). Испытания проведены в период 24 января по 31 марта 2012 г. на основании заявки фирмы Technoinfo Ltd (Великобритании) от 21.11.2011 г. Испытания проводились в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт физики твердого тела Российской академии наук» (г. Черноголовка Московской области), на химическом факультете Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова» и ОАО «НИЦПВ», г. Москва.

2 ГЦИ СИ ОАО «НИЦПВ» были представлены образцы спектрометров рентгеновских фотоэлектронных AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии, зав. №№ С332722 и С332678, фирмы Kratos Analytical Limited (Великобритания).

3 ГЦИ СИ ОАО «НИЦПВ» провел испытания спектрометров рентгеновских фотоэлектронных AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии, зав. №№ С332722 и С332678, в соответствии с документом «Спектрометры рентгеновские фотоэлектронные AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии фирмы Kratos Analytical Limited (Великобритания). Программа испытаний в целях утверждения типа».

4 Результат испытаний положительный.

5 Для спектрометров рентгеновских фотоэлектронных AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии, зав. №№ С332722 и С332678, фирмы Kratos Analytical Limited (Великобритания) установлены метрологические и технические характеристики, приведенные в Таблице 1.

Таблица 1.

Наименование характеристики	Значение
Диапазон регистрируемых энергий электронов, эВ, не менее	3000
Пределы допускаемой погрешности измерений энергии фото- и оже-электронов при стабилизированной температуре окружающей среды ($22 \pm 0,5$) °С, мэВ	± 5
Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой погрешности измерений энергии фото- и оже-электронов при температуре окружающей среды (22 ± 5) °С, мэВ	± 20
Энергетическое разрешение на линии серебра Ag3d _{5/2} для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 10 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), эВ, не более	0,48

Наименование характеристики	Значение
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 10 эВ, энергетическое разрешение 0,48 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), имп/с, не менее	75000
Энергетическое разрешение на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), эВ, не более	0,60
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,6 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), имп/с, не менее	250000
Энергетическое разрешение на линии серебра $Ag3d_{5/2}$ для Mg – анода полихроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 30 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), эВ, не более	0,80
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) серебра $Ag3d_{5/2}$ для Mg – анода полихроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,80 эВ, размер анализируемой области 110 мкм), имп/с, не менее	1200000
Энергетическое разрешение на линии (O-C=O) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника (напряжение на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, размер анализируемой области 700×300 мкм), эВ, не более	0,68
Интенсивность линии (ток фотоэлектронов) на линии (C-C, C-H) в полиэтилентерефталате для Al – анода монохроматического источника (напряжения на источнике 15 кВ, ток 40 мА, энергия пропускания 20 эВ, энергетическое разрешение 0,68 эВ, размер анализируемой области 700×300 мкм), эВ, не более	16000
Отношение сигнал/шум при регистрации оже-электронов (энергия пуска первичных электронов 10 кэВ, ток 5 нА) на линии меди Cu LMM, не менее	500
Пространственное разрешение (ширина кривой набегания от уровня 20% до уровня 80% от максимального значения в режиме регистрации вторичных электронов при ускоряющем напряжении 10 кВ и токе пучка электронов 5 нА), нм, не более	100
Габаритные размеры (длина x ширина x высота), мм, не более	950×3000×2090
Масса, кг, не более	1200
Условия эксплуатации:	
- температура окружающей среды, °С	22 ± 5
- максимальное изменение температуры за 1 час, °С	1
- атмосферное давление, кПа	101,0 ± 1,4
- относительная влажность воздуха, %, не более	65
- напряжение питания от сети переменного тока частотой (50±1) Гц, В	220 ± 10
- скорость вибраций в полосе частот от 1 до 100 Гц, мм/с, не более	12,5
- амплитуда переменного магнитного поля в полосе частот от 5 до 200 кГц, Тл, не более	2·10 ⁻⁶
- индукция постоянного магнитного поля, мТл, не более	0,1

Идентификационные данные программного обеспечения представлены в таблице 2.

Таблица 2.

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии ПО	Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
Программа управления процессом измерений и обработки результатов измерений, версия	Vision 2.2.8 for Windows XP	CDR6000 AG Rev 0	274424867164385 2CB699B98F33C3 5C64A696582BE7 2D49D7B0B91BF 61313501	ГОСТ Р 34.11-94

Уровень защиты ПО СИ от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «С» по МИ 3286-2010.

Опробована методика поверки «Спектрометры рентгеновские фотоэлектронные AXIS ULTRA DLD с модулем оже-спектроскопии фирмы Kratos Analytical Limited (Великобритания). Методика поверки», рекомендованный интервал между поверками 1 год, разработан проект описания типа средств измерений.

- Приложения к акту: 1. Протоколы испытаний на 27 л.
2. Описание типа средства измерений (проект) на 5 л.
3. Методика поверки на 12 л.

Руководитель ГПСИ ОАО «НИЦПВ»



А.Ю. Кузин

«17» августа 2012 г.

Главный научный сотрудник ОАО «НИЦПВ»

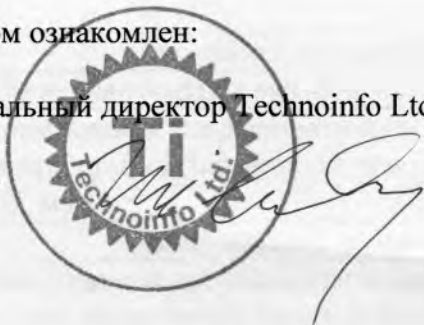
М.Н. Филиппов

«17» августа 2012 г.

С актом ознакомлен:

Генеральный директор Technoinfo Ltd

м.п.



Н.Е. Микулинская

«08» августа 2012 г.