

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на спектрометр рентгеновский с волновой дисперсией Inca Wave 700, зав. № 65164R131103F, изготовленный фирмой «Oxford Instruments plc» (Великобритания) (далее - прибор), инсталлированный на сканирующий электронный микроскоп Carl Zeiss Merlin в тяжелом радиоактивном исполнении 4 (далее – СЭМ), предназначенный для измерений зависимости интенсивности от длины волны в составе растровых электронных микроскопов и электроннозондовых микроанализаторов и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Интервал между поверками 1 год.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 19807-91. Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки.

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

ГОСТ 18704-78. Кислота борная. 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 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. Идентификация программного обеспечения.	8.1	да	да
2	Проверка работоспособности прибора	8.2	да	да
3	Определение погрешности измерения положения линии характеристического рентгеновского излучения	8.3.1	да	да
4	Определение отношений сигнал/фон для различных кристаллов-анализаторов.	8.3.2.	да	да
5	Измерение отношения полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для отпаянного пропорционального счетчика (SPC) и для проточного пропорционального счетчика (FPC)	8.3.3	да	да

4 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки применяются стандартные образцы, вещества и средства измерений, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Стандартные образцы, вещества и средства измерений, используемые при поверке

Номер пункта по методике поверки	Обозначение образца в данной методике поверки	Марка или химический состав стандартного образца, марка средства измерений	Нормативный документ или номер ГСО
6.3.1 6.3.2	ПО-1	СО состава меди высокой чистоты	ГСО 10800-2016
6.3.1 6.3.2	ПО-2	Титан марок ВТ1-00 или ВТ1-0	ГОСТ 19807-91
6.3.1	ПО-3	СО состава алюминия высокой чистоты	ГСО 6265-91/6271-91
6.3.1 6.3.2 6.3.3	ПО-4	Графит марок ГСМ-1 или ГСМ-2	ГОСТ 17022-81
6.3.1 6.3.2	ПО-5	Борная кислота марок «для оптического стекловарения» или «А»	ГОСТ 18704-78
6.3.1	ПО-6	СО состава железа высокой чистоты	ГСО 9497-2009

4.2 Образец ПО-5 перед применением необходимо спрессовать в таблетку.

4.3 Поверхность образцов ПО-1 – ПО-6 должна быть отполирована в соответствии с требованиями технической документации прибора.

4.4 На поверхность спрессованного ПО-5 необходимо напылить угольную пленку для предотвращения эффектов зарядки.

4.5 Рентгеноспектральные характеристики ПО-1 – ПО-6 устанавливаются в соответствии с ГСССД МЭ 222 – 2014.

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

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в техническом описании на прибор.

5.2 При проведении поверки должны соблюдаться:

а) Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности СП 2.6.1.2612-10;

б) Нормы радиационной безопасности НРБ –99/2009, Санитарные правила и нормативы СанПиН 2.6.1.2523 – 09.

5.3 Дополнительные требования могут быть изложены в Инструкциях по технике безопасности для сотрудников предприятия, включая Инструкции по охране труда при работе на рентгеновских аппаратах (установках), Инструкцию по технике безопасности при работе с легковоспламеняющимися и огнеопасными жидкостями.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

6.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы рентгеноспектрального анализа;
- имеющие опыт работы с рентгеновскими установками для определения состава веществ и материалов.
- изучившие техническое описание и Методику поверки данного прибора;
- допускаются к участию в измерениях операторы, имеющие опыт работы на установках для определения характеристик состава твёрдых веществ – установки рентгеновские- и прошедшие обучение, сдавшие соответствующие экзамены по охране труда и технике безопасности.

7 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 3 ;
- атмосферное давление, кПа $101 \pm 1,4$;
- максимальное значение относительной влажности воздуха % 70;
- напряжение питания сети, В 220 ± 10 ;
- частота питающей сети, Гц 50 ± 1 .

8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

8.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения

8.1.1 Проводится проверка на соответствие технической документации (требованиям фирмы-изготовителя прибора), комплектности, маркировке, упаковке, требованиям безопасности, опробование. Осматривают поверяемый прибор, убеждаются в исправности заземления, отсутствии внешних повреждений, наличии защитных заслонок на окнах рентгеновской трубки, исправности вентиляции.

8.1.2 Проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) проводят путем открытия на диске управляющего компьютера файла «IncaHostApp.exe». В рабочем окне программы необходимо отобразить версию ПО. Версия ПО должна соответствовать данным, приведённым в таблице 3.

8.1.3 Используя алгоритм вычисления цифрового идентификатора (по ГОСТ Р 34.11-94), определить общую контрольную сумму файла «IncaHostApp.exe». Результат поверки является положительным, если идентификационное наименование и версия ПО соответствуют сведениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	INCA
Номер версии (идентификационный номер) ПО	5.04

8.2 Проверка работоспособности прибора. Определение мощности эквивалентной дозы рентгеновского излучения

8.2.1 Включить РЭМ и прибор в соответствии с их инструкциями по эксплуатации.

8.2.2 Провести откачку камеры образцов РЭМ и внутреннего объема прибора.

8.2.3 Убедиться, что на входе спектрометра установлено давление аргон-метановой смеси в соответствии с инструкцией прибора и измерительный газ проходит через спектрометр.

8.2.4 Измерить с помощью встроенного вакуумметра остаточное давление в камере образцов при достижении рабочего вакуума с открытым клапаном спектрометра.

8.2.5 Включить высокое напряжение на РЭМ и убедиться, что осуществляется его регулировка в пределах 2 -30 кВ.

8.2.6 Произвести юстировку РЭМ в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.2.7 Установить на СЭМ ускоряющее напряжение 30 кВ и ток электронного зонда 50 нА. С помощью дозиметра рентгеновского излучения ДКР-АТ1103М измерить значение мощности эквивалентной дозы рентгеновского излучения на расстоянии 10 см от элементов конструкции поверяемого прибора.

8.2.8 Прибор считается годным к поверке, если остаточное давление в камере образцов при открытом клапане и протекающем измерительном газе не превосходит 5×10^{-5} мм рт. ст, диапазон регулирования ускоряющего напряжения РЭМ от 2 до 30 кВ.

8.3 Определение метрологических характеристик

8.3.1 Определение погрешности измерения положения линии характеристического рентгеновского излучения

Для определения погрешности положения линий характеристического излучения для каждого из пяти кристаллов-анализаторов выполняют следующие операции.

8.3.1.1 Устанавливают в камеру образцов СЭМ поверочный образец, соответствующий поверяемому кристаллу-анализатору. Для каждого кристалла-анализатора поверочный образец указан в таблице 4. Производят откачку камеры образцов.

8.3.1.2 В соответствии с инструкцией по эксплуатации СЭМ устанавливают значения ускоряющего напряжения и тока электронного зонда, указанные в таблице 4.

8.3.1.3 Поверочный образец подводят под электронный зонд. Фокусируют изображение поверочного образца и устанавливают малый растр СЭМ (увеличение около 1000×) на участке без дефектов и пылинок.

8.3.1.4 В окне "Motor control" программы "Spectrometer Direct Control ввести в окошко Crystal выбором из выпадающего списка введите название поверяемого кристалла-анализатора и нажать кнопку Change Xtal .

8.3.1.5 В окошко Slit size (mm) ввести значение ширины щели, указанное для данного кристалла-анализатора в таблице 4.

8.3.1.6 В окошко Setup on Element выбором из списка введите название элемента, указанное для данного кристалла-анализатора в таблице 4.

8.3.1.7 Выбрать опцию Peak search on element и нажать кнопку Peak search.

После завершения автоматической процедуры настройки на пик, считать с монитора фактическое значение положения пика данного элемента.

Таблица 4 – Установки прибора и СЭМ при определении погрешности измерения положения линий характеристического излучения для различных кристалло-анализаторов

Кристалл-анализатор	Поверочный образец	Ускоряющее напряжение СЭМ, кВ	Ток электронного зонда, нА	Значение ширины щели в окошке Slit size, мм	Химический элемент в окошке Setup on Element
LiF(200)	ПО-1	30	5	0,45	Copper
PET	ПО-2	30	5	0,35	Titanium
TAP	ПО-3	30	5	0,35	Aluminium
LSM-080N	ПО-4	10	50	1,23	Carbon
LSM-200	ПО-5	10	5	1	Boron

6.3.1.8 Прибор считается годным, если измеренное фактическое значение положения пика элемента, соответствующего поверяемому кристаллу анализатору, лежит в интервале значений, указанных для этого кристалла-анализатора в таблице 5.

Таблица 5 – Допустимые интервалы положения линии характеристического излучения для различных кристаллов-анализаторов

Кристалл-анализатор	Регистрируемая спектральная линия	Допустимый диапазон положения пика спектральной линии, ангстрем ¹
LiF(200)	CuK α	от 1,5413 до 1,5423
PET	TiK α	от 2,7454 до 2,7540
TAP	AlK α	от 8,3271 до 8,3531
LSM-080N	CK α	от 44,67 до 44,73
LSM-200	BK α	от 67,5 до 67,7

8.3.2 Определение отношений сигнал/фон для различных кристалло-анализаторов

Для определения отношения пик/фон для каждого кристалла-анализатора необходимо выполнить следующие операции.

- 8.3.2.1 Установить в камеру образцов СЭМ поверочный образец (таблица 6).
- 8.3.2.2 Установить параметры СЭМ и прибора в соответствии с таблицей 6.
- 8.3.2.3 Установить под электронный зонд поверочный образец, сфокусировать изображение установить малый растр СЭМ на участке без дефектов и пылинок. (увеличение 10000 \times).
- 8.3.2.4 В окне Choose Elements выбрать элемент в соответствии с таблицей 6.
- 8.3.2.5 Перейти в окно навигатора. Measure Standard и провести измерения на этом элементе.
- 8.3.2.6 Считать значение пиковой интенсивности и фона в окне навигатора.

¹ 1 ангстрем = 10⁻¹⁰ м

Таблица 6 – Установки прибора и СЭМ при определении отношения пик/фон для различных кристаллов-анализаторов

Кристалл-анализатор	Поверочный образец	Спектральная линия	Ускоряющее напряжение СЭМ, кВ	Ток электронного зонда, нА	Значение ширины щели в окошке Slit size, мм	Химический элемент в окошке Choose Elements
LiF(200)	ПО-1	CuK α	30	5	0,45	Copper
PET	ПО-2	TiK α	30	5	0,35	Titanium
TAP	ПО-5	OК α	30	5	0,35	Oxygen
LSM-080N	ПО-4	СК α	10	50	1,23	Carbon
LSM-200	ПО-4	BK α	10	5	1	Boron

6.2.3.6 Прибор считается годным, если измеренные значения отношения пик/фон соответствуют указанным в таблице 7.

Таблица 7 – Допустимые значения отношения пик/фон для различных кристаллов-анализаторов

Кристалл-анализатор	Спектральная линия	Отношение пик/фон, не менее
LiF(200)	CuK α	315
PET	TiK α	500
TAP	AlK α	350
LSM-080N	СК α	40
LSM-200	BK α	30

8.3.3 Измерение отношения полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для отпаянного пропорционального счетчика (SPC) и для проточного пропорционального счетчика (FPC)

Для определения отношений SPC и FPC необходимо для каждого из кристаллов-анализаторов LiF(200) и LSM 080N выполнить следующие операции.

8.3.3.1 Установить в камеру образцов поверочный образец в соответствии с таблицей 8.

8.3.3.2 Установить параметры СЭМ и прибора, указанные в таблице 8.

8.3.3.3 Установить под электронный зонд поверочный образец, сфокусировать изображение и установить малый растр СЭМ (увеличение 10000 \times) на участке без дефектов и пылинок.

8.3.3.4 Только для кристалла анализатора LiF(200) в окне Detector Control выбрать SPC детектор (отпаянный) и запустить программу Calibrate. По завершению работы программы в окошке Figure of merit считать требуемое значение отношения.

8.3.4.5 В окне Detector Control FPC детектор (проточный) и запустить программу Calibrate. По завершению работы программы в окошке Figure of merit считать требуемое значение отношения.

Таблица 8 – Установки прибора и СЭМ при определении отношений полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для отпаянного пропорционального счетчика (СПС) и для проточного пропорционального счетчика (ФРС) для различных кристаллов-анализаторов

Кристалл-анализатор	Поверочный образец	Ускоряющее напряжение СЭМ, кВ	Ток электронного зонда, нА	Значение ширины щели, мм	Химический элемент
LiF(200)	ПО-6	30	50	0,7	Iron
LSM-080N	ПО-4				Carbon

8.3.4.6 Прибор считается годным, если значения отношений лежат в интервалах, указанных в таблице 9.

Таблица 9 – Допустимые диапазоны значений отношения полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для отпаянного пропорционального счетчика (СПС) и для проточного пропорционального счетчика (ФРС)

Кристалл-анализатор	Допустимый диапазон значений отношения полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для отпаянного пропорционального счетчика (СПС), %	Допустимый диапазон значений отношения полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для проточного пропорционального счетчика (ФРС), %
LiF(200)	от 16 до 23	от 16 до 23
LSM-080N	-	от 85 до 110

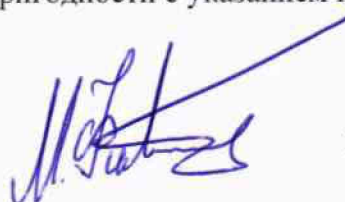
9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

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

9.3 При отрицательных результатах поверки 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 АО «НИЦПВ»,
доктор физ.-мат. наук, профессор



М.Н.Филиппов

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №__ (от _____)

1. Средство измерений: Спектрометр рентгеновский с волновой дисперсией INCA WAVE 700

2. Принадлежит: НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва

3.Заводской номер: 65164R131103F

4.Предприятие изготовитель: «Oxford Instruments plc» (Великобритания)

5.Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____ °С;
- относительная влажность воздуха _____ %;
- напряжение питания сети _____ В;
- частота питающей сети _____ Гц.

6.Средства поверки:

6.1. СО состава меди высокой чистоты ГСО 10800-2016.

6.2. Титан марок ВТ1-00 или ВТ1-0ГОСТ 19807-91.

6.3. СО состава алюминия высокой чистоты ГСО 6265-91/6271-91

6.4. Графит марок ГСМ-1 или ГСМ-2 ГОСТ 17022-81

6.5. Борная кислота марок «для оптического стекловарения» или «А» ГОСТ 18704-78

6.6. СО состава железа высокой чистоты ГСО 9497-2009.

7.Операции поверки

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности.

Вывод: _____

7.2 Опробование:

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Измерение давления в камере образцов РЭМ с открытым клапаном спектрометра и включенном потоке измерительного газа	8.2	Па	$<5 \cdot 10^{-5}$		
Проверка диапазона регулирования ускоряющего напряжения РЭМ	8.2	кВ	2 - 30		

7.3 Определение метрологических характеристик

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Определение погрешности измерения положения линии характеристического рентгеновского излучения для линии CuKa на монокристалле фторида лития LiF (200).	8.3.1.	нм	$\pm 0,00005$		
Определение погрешности измерения положения линии характеристического рентгеновского излучения для линии TiKa монокристалле пентаэритринола (PET)	8.3.1.	нм	$\pm 0,00043$		
Определение погрешности измерения положения линии характеристического рентгеновского излучения для линии AlKa на монокристалле оксифталата таллия (TAP)	8.3.1	нм	$\pm 0,0013$		
Определение погрешности измерения положения линии характеристического рентгеновского излучения для линии SKa на синтетическом многослойном материале LSM-060	8.3.1	нм	$\pm 0,003$		
Определение погрешности измерения положения линии характеристического рентгеновского излучения для линии BKa на синтетическом многослойном материале LSM-200	8.3.1	нм	$\pm 0,01$		
Измерение отношения пик/фон: для линии CuKa на монокристалле фторида лития LiF (200)	8.3.2	б/р	>315		
Измерение отношения пик/фон: для линии TiKa на монокристалле пентаэритринола PET	8.3.2	б/р	>500		
Измерение отношения пик/фон: для линии OKa на монокристалле оксифталата таллия TAP	8.3.2	б/р	>350		
Измерение отношения пик/фон: для линии SKa на синтетическом многослойном материале LSM-080N	8.3.2	б/р	>70		
Измерение отношения пик/фон: для линии BKa на синтетическом многослойном материале LSM-200	8.3.2	б/р	>30		
Измерение отношения полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для отпаянного пропорционального счетчика (SPC), линия FeKa, кристалл-анализатор LiF (200).	8.3.3	б/р	16 -23		
Измерение отношения полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для проточного пропорционального счетчика (FPC), линия FeKa, кристалл-анализатор LiF (200).	8.3.3	б/р	16 -23		
Измерение отношения полной ширины на половине высоты распределения амплитуды импульсов по энергии к положению центра этого распределения для проточного пропорционального счетчика (FPC), линия SKa, кристалл-анализатор LSM-080N	8.3.3	б/р	85 – 110		

