

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального
директора АО «НИЦПВ»




Д.М. Михайлюк

« 25 » октября 2018 г.

**Масс-спектрометр времяпролетный вторично-ионный
ToF.SIMS 5-100**

Методика поверки

Москва
2018

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на масс-спектрометр времяпролетный вторично-ионный ToF.SIMS 5-100 фирмы «ION-TOF» (Германия), заводской номер №212258 (далее – прибор), предназначенный для измерений массы вторичных ионов, возникающих при послойном травлении исследуемого объекта потоком первичных ионов, и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками - 1 год.

2 Операции поверки

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

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения.	6.1	да	да
2	Опробование прибора	6.2	да	да
3	Определение максимального масс-спектрального разрешения	6.3.1	да	да
6	Определение погрешности измерений массовых чисел положительных вторичных ионов	6.3.4	да	да
7	Определение погрешности измерений массовых чисел отрицательных вторичных ионов	6.3.5	да	да

3 Средства поверки

При проведении поверки применяются следующие средства поверки:

- часть пластины монокристаллического кремния электронного типа проводимости из слитка по ГОСТ 19658-81 (далее – поверочный образец).

4 Требования безопасности

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

5 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы с масс-спектрометрическими средствами измерений;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации поверяемого масс-спектрометра ToF.SIMS 5-100 и методику его поверки.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С18-22
- атмосферное давление, кПа.....92-104
- относительная влажность воздуха, %20-80
- напряжение питания от сети переменного тока частотой 50/60 Гц, В.....210-230

6.2 Подготовку прибора к работе провести в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.3 Перед проведением поверки прибор должен быть полностью включен в соответствии с инструкцией по эксплуатации и выдержан во включенном состоянии не менее 2 часов.

7 Проведение поверки

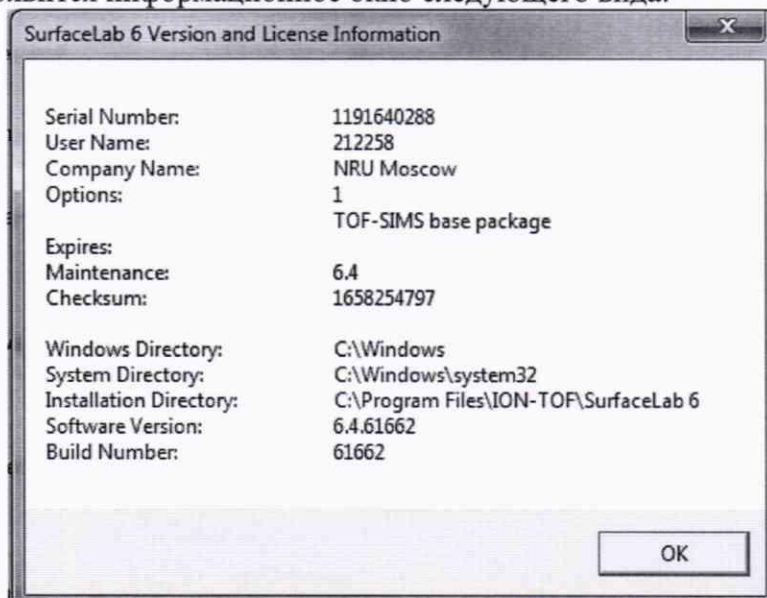
7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения

7.1.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие комплектности (без запасных частей и инструмента), указанной в руководстве по эксплуатации;
- 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.

7.1.2 Для идентификации программного обеспечения (ПО) прибора необходимо:

- включить прибор;
- запустить программу VersionInfo, расположенную в папке SurfaceLab/Tools стартового меню;
- на экране появится информационное окно следующего вида:



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

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационное наименование ПО	SurfaceLab
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.4.61662
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

7.2 Опробование

7.2.1 Перед опробованием прибора провести следующие операции:

- подготовить прибор к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации;
- прогреть LMIG – источник первичных ионов Bi^+ ;
- загрузить в камеру поверочный образец.

7.2.2 С помощью встроенного в прибор вакуумметра измерить давление в рабочей камере без нагрузки.

Для этого предварительно необходимо в соответствии с инструкцией по эксплуатации вывести из камеры держатель образца, дезактивировать источники ионов цезия и кислорода и дождаться установления равновесия (выдержать прибор в указанном состоянии не менее 1 часа). Провести измерение давления на дисплее компьютера и записать его в протокол. Прибор считается годным к поверке, если полученное значение не более $9 \cdot 10^{-7}$ Па.

7.2.3 С помощью встроенного в прибор вакуумметра измерить давление в камере образца при эксплуатируемом источнике ионов O_2^+ с ионизацией электронным ударом.

В соответствии с инструкцией по эксплуатации активировать источник ионов кислорода и дождаться его полного включения. Провести измерение давления в рабочей камере и записать его в протокол. Прибор считается годным к поверке, если полученное значение не более $5 \cdot 10^{-6}$ Па.

7.2.4 В соответствии с инструкцией по эксплуатации провести запись масс-спектра вторичных ионов в диапазоне от 1 а.е.м. до 100 а.е.м. с использованием распыляющего пучка ионов кислорода (O_2^+) при регистрации положительных вторичных ионов.

Прибор считается годным, если на спектре регистрируются массовые пики одно- и многоатомных вторичных ионов кремния.

7.2.5 С помощью встроенного в прибор вакуумметра измерить давление в камере образца при эксплуатируемом источнике ионов Cs^+ .

Выключить источник ионов O_2^+ . Выдержав паузу не менее 1 часа в соответствии с инструкцией по эксплуатации активировать источник ионов Cs^+ и дождаться его полного включения. Провести измерение давления в рабочей камере и записать его в протокол. Прибор считается годным к поверке, если полученное значение не более $2 \cdot 10^{-6}$ Па.

7.2.6 В соответствии с инструкцией по эксплуатации произвести запись масс-спектра вторичных ионов в диапазоне от 1 а.е.м. до 100 а.е.м. с использованием распыляющего пучка ионов цезия (Cs^+) при регистрации отрицательных вторичных ионов.

Прибор считается годным, если на спектре регистрируются массовые пики одно- и многоатомных вторичных ионов кремния.

7.3 Определение метрологических характеристик.

7.3.1 Определение масс-спектрального разрешения.

Установить в камеру образцов поверочный образец.

Произвести прогрев источников и масс-анализатора (не менее 1 часа до измерений).

Установить следующие режимы и характеристики прибора:

Аналитический пучок:

- Тип ионов: Bi^+
- Ускоряющее напряжение: 30 кВ
- Размер раstra: 100×100 мкм²

Распыляющий пучок:

- Тип ионов: O_2^+
- Ускоряющее напряжение: 2 кВ
- Ионный ток: 600 нА;
- Размер раstra 300×300 мкм².

Полярность вторичных ионов: положительная.

В соответствии с инструкцией по эксплуатации записать масс спектр. Измерить ширину пика $^{28}\text{Si}^+$ на уровне 10 % от максимума в единицах а.е.м. Масс-спектральное разрешение MR вычислить по формуле:

$$MR = m/\Delta m,$$

где, m – массовое число изотопа, Δm – ширина пика массы m на уровне 10 % от максимума в единицах а.е.м.

Прибор считается годным, если $MR \geq 10000$.

7.3.2 Определение погрешности измерений массы положительных вторичных ионов

Установить в камеру образцов поверочный образец.

Установить следующие режимы и характеристики прибора:

Аналитический пучок:

- Тип ионов: V^+
- Ускоряющее напряжение: 30 кВ
- Размер раstra: $100 \times 100 \text{ мкм}^2$

Распыляющий пучок:

- Тип ионов: Cs^+
- Ускоряющее напряжение: 2 кВ
- Ионный ток: 150 нА;
- Размер раstra $300 \times 300 \text{ мкм}^2$.

Полярность вторичных ионов: положительная

Произвести запись масс-спектра.

Измерить по полученным масс-спектрам значения массы M_j (положения масс-спектральных линий) для 16 вторичных ионов, указанных в таблице 2, и занести их значение в протокол.

Таблица 2. Номинальные значения масс положительных ионов, используемых для определения погрешности измерений масс вторичных ионов.

№	Вторичный ион	Номинальное значение массы $M_{j\text{ном}}$, а.е.м.
1	$^{28}\text{Si}^{++}$	13,988
2	$^{23}\text{Na}^+$	22,990
3	$^{28}\text{Si}^+$	27,977
4	$^{39}\text{K}^+$	38,964
5	$^{28}\text{Si}_2^+$	55,954
6	$^{28}\text{Si}_3^+$	83,931
7	$^{133}\text{Cs}^+$	132,905
8	$^{133}\text{CsSi}^+$	160,882
9	$^{133}\text{CsSiO}^+$	176,877
10	$^{133}\text{Cs}_2^+$	265,811
11	$^{133}\text{Cs}_2\text{Si}^+$	293,788
12	$^{133}\text{Cs}_2\text{Si}_2^+$	321,765
13	$^{133}\text{Cs}_2\text{Si}_3^+$	349,742
14	$^{133}\text{Cs}_3^+$	398,716

Используя номинальные значения масс вторичных ионов (см. табл. 2) $M_{j\text{ном}}$, вычислить для каждого типа вторичного иона погрешность измерений массы по формуле:

$$\Delta M_j = M_j - M_{j\text{ном}}$$

где ΔM_j – погрешность измерений массы j -го вторичного иона, а.е.м;

M_j – измеренное значение массы (положение линии) j -го вторичного иона, а.е.м.

$M_{j\text{ном}}$ – номинальное значение массы j -го вторичного иона, а.е.м.

Прибор считается годным, если для каждой из масс-спектральных линий, указанных в табл. 2, погрешность измерений массы ΔM_j удовлетворяет условию:

$$|\Delta M_j| \leq 0,1 + M_{j\text{ном}} \cdot 10^{-3}$$

7.3.3 Определение погрешности измерений массы отрицательных вторичных ионов

Установить следующие режимы и характеристики прибора:

Аналитический пучок:

- Тип ионов: Vi^+
- Ускоряющее напряжение: 30 кВ
- Размер раstra: $100 \times 100 \text{ мкм}^2$

Распыляющий пучок:

- Тип ионов: Cs^+
- Ускоряющее напряжение: 2 кВ
- Ионный ток: 150 нА;
- Размер раstra $300 \times 300 \text{ мкм}^2$.

Полярность вторичных ионов: положительная

Произвести запись масс-спектра.

Измерить по полученным масс-спектрам значения массы M_j (положения масс-спектральных линий) для 16 вторичных ионов, указанных в таблице 3, и занести их значение в протокол.

Измерить по полученным масс-спектрам значения массы M_j (положения масс-спектральных линий) для 16 ионов, указанных в таблице 3, и занести их значение в протокол.

Таблица 3. Номинальные значения масс отрицательных ионов, используемых для определения погрешности измерений масс вторичных ионов.

№	Вторичный ион	Номинальное значение массы $M_{j\text{ном}}$, а.е.м.
1	$^{12}\text{C}^-$	12,000
2	$^{16}\text{O}^-$	15,995
3	$^{28}\text{Si}^-$	27,977
4	$^{35}\text{Cl}^-$	34,969
5	$^{28}\text{Si}_2^-$	55,954
6	$^{28}\text{Si}_3^-$	83,931
7	$^{28}\text{Si}_4^-$	111,908
8	$^{133}\text{Cs}^-$	132,905
9	$^{28}\text{Si}_5^-$	139,885
10	$^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}^-$	160,882
11	$^{28}\text{Si}_6^-$	167,862
12	$^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}_2^-$	188,859
13	$^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}^{16}\text{O}_3^-$	208,867
14	$^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}_3^-$	216,836
15	$^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}_2^{16}\text{O}_4^-$	252,839
16	$^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}_2^{16}\text{O}_5^-$	268,834
17	$^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}_3^{16}\text{O}_6^-$	312,806
18	$^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}_3^{16}\text{O}_7^-$	328,801

Используя номинальные значения масс вторичных ионов (см. табл. 3) $M_{j\text{ном}}$, вычислить для каждого типа вторичного иона погрешность измерений массы по формуле:

$$\Delta M_j = M_j - M_{j\text{ном}}$$

где ΔM_j - погрешность измерений массы j -го вторичного иона, а.е.м;

M_j – измеренное значение массы (положение линии) j -го вторичного иона, а.е.м.

$M_{j\text{ном}}$ – номинальное значение массы j -го вторичного иона, а.е.м.

Прибор считается годным, если для каждой из масс-спектральных линий, указанных в табл. 3, погрешность измерений массы ΔM_j удовлетворяет условию:

$$|\Delta M_j| \leq 0,1 + M_{j\text{ном}} \cdot 10^{-3}$$

где ΔM_j - погрешность измерений массы j -го вторичного иона, а.е.м;

$M_{j\text{ном}}$ – номинальное значение массы j -го вторичного иона, а.е.м.

8 Оформление результатов поверки

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

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

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

Начальник отдела АО «НИЦПВ» к.ф.-м.н.



Митюхляев В.Б.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № ____ (от _____)

Средство измерений: Времяпролётный вторично-ионный масс-спектрометр ToF.SIMS 5-100.

Принадлежит: _____

1. Заводской номер № 212258

2. Предприятие изготовитель: фирма «ION-TOF», Германия.

3. Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____ °С;
- атмосферное давление _____ кПа;
- относительная влажность воздуха _____ %;
- напряжение питания сети _____ В;

4. Средства поверки:

- часть пластины монокристаллического кремния электронного типа проводимости из слитка по ГОСТ 19658-81.

5. Операции поверки

5.1 Внешний осмотр, проверка комплектности.

Вывод: _____

5.2 Опробование:

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Измерение давления в рабочей камере без нагрузки	6.2.2	Па	$<9 \cdot 10^{-7}$		
Измерение давления в рабочей камере при эксплуатируемом источнике ионов кислорода с ионизацией электронным ударом	6.2.3	Па	$<5 \cdot 10^{-6}$		
Измерение давления в камере образца при эксплуатируемом источнике ионов Cs^+ .	6.2.5	Па	$<2 \cdot 10^{-6}$		

5.3 Определение метрологических характеристик

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Измерение масс-спектрального разрешения	6.3.1	безразмерн	≥ 10000		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}^{++}$	6.3.4	а.е.м.	$13,988 \pm 0,114$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{23}\text{Na}^+$	6.3.4	а.е.м.	$22,990 \pm 0,123$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}^+$	6.3.4	а.е.м.	$27,977 \pm 0,128$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{39}\text{K}^+$	6.3.13	а.е.м.	$38,964 \pm 0,139$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_2^+$	6.3.4	а.е.м.	$55,954 \pm 0,156$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_3^+$	6.3.4	а.е.м.	$83,931 \pm 0,184$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_4^+$	6.3.4	а.е.м.	$111,908 \pm 0,212$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{Cs}^+$	6.3.4	а.е.м.	$132,905 \pm 0,233$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_5^+$	6.3.4	а.е.м.	$139,885 \pm 0,240$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{CsSi}^+$	6.3.4	а.е.м.	$160,882 \pm 0,261$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{CsSiO}^+$	6.3.4	а.е.м.	$176,877 \pm 0,277$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{Cs}_2^+$	6.3.4	а.е.м.	$265,811 \pm 0,366$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона линии $^{133}\text{Cs}_2\text{Si}^+$	6.3.4	а.е.м.	$293,788 \pm 0,394$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{Cs}_2\text{Si}_2^+$	6.3.4	а.е.м.	$321,765 \pm 0,422$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{Cs}_2\text{Si}_3^+$	6.3.4	а.е.м.	$349,742 \pm 0,450$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{Cs}_3^+$	6.3.4	а.е.м.	$398,716 \pm 0,499$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{12}\text{C}^-$	6.3.5	а.е.м.	$12,000 \pm 0,112$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона ^{16}O	6.3.13	а.е.м.	$15,995 \pm 0,116$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}^-$	6.3.13	а.е.м.	$27,977 \pm 0,128$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{35}\text{Cl}^-$	6.3.13	а.е.м.	$34,969 \pm 0,135$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_2^-$	6.3.13	а.е.м.	$55,954 \pm 0,156$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_3^-$	6.3.13	а.е.м.	$83,931 \pm 0,184$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_4^-$	6.3.13	а.е.м.	$111,908 \pm 0,212$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{Cs}^-$	6.3.13	а.е.м.	$132,905 \pm 0,233$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_5^-$	6.3.13	а.е.м.	$139,885 \pm 0,240$		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{Cs}^{28}\text{Si}^-$	6.3.13	а.е.м.	$160,882 \pm 0,261$		
Определение погрешности измерений массы	6.3.13	а.е.м.	$167,862 \pm 0,268$		

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
вторичного иона $^{28}\text{Si}_6^-$					
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_7^-$	6.3.13	а.е.м.	195,838±0,296		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_8^-$	6.3.13	а.е.м.	223,815±0,324		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_9^-$	6.3.13	а.е.м.	251,792±0,352		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{133}\text{Cs}_2^-$	6.3.13	а.е.м.	265,811±0,366		
Определение погрешности измерений массы вторичного иона $^{28}\text{Si}_{10}^-$	6.3.13	а.е.м.	279,769±0,380		

Заключение: По результатам поверки время-пролётный вторично-ионный масс-спектрометр ToF.SIMS 5–100 фирмы ION-TOF (Германия), заводской № 212258, признан годным/негодным (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель: _____
подпись

_____ ФИО

« _____ » _____ 20 г.