

Министерство образования и науки Российской Федерации

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г.
ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения,
технологии и управления качеством

**ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ ОТНОСИТЕЛЬНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ
ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МЕТОДОМ
ВТОРИЧНО-ИОННОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ**

АВТОРЕФЕРАТ ДИПЛОМНОЙ РАБОТЫ

студента 6 курса 637 группы
специальности 220501 «Управление качеством»
факультета nano- и биомедицинских технологий
Кияненко Антона Сергеевича

Научный руководитель

доцент, к.т.н.

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

А.Г. Жуков

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой

профессор, д.ф.-м.н.

должность, уч. степень, уч.
звание

подпись, дата

С.Б. Вениг

инициалы, фамилия

Саратов, 2016

Введение

Актуальность данной работы определяется тем, что последняя имеет отношение к методам изучения поверхности, а точнее методу ВИМС, который является одним из самых универсальных методом анализа материалов.

Вторично-ионная масс-спектрометрия (англ. Secondary-Ion Mass Spectrometry, SIMS) — метод получения ионов из низколетучих, полярных и термически нестойких соединений в масс-спектрометрии.

Первоначально применялся для получения поэлементного состава летучих веществ, но впоследствии стал использоваться как десорбционный метод мягкой ионизации веществ. Используется для анализа состава твёрдых поверхностей и тонких плёнок. ВИМС — самая точная из техник анализа веществ, которая может обнаружить присутствие заданного элемента в диапазоне 1 часть на миллиард.

Так же заметим, что этот метод является деструктивным методом химического анализа веществ, основанный на ионизации молекулярных или атомных слоев посредством бомбардировки вещества фокусированным пучком ионов (Xe^+ , Cs^+ , Ga^+ и др.) с энергией до нескольких кэВ.

Основным результатом работы вторично-ионного масс-спектрометра является масс-спектр вторичных ионов образца. Величина пиков масс-спектра зависит от многих факторов, в том числе и от концентрации элемента, поэтому значение концентрации из масс-спектра определить нельзя. Поскольку масс-спектр вторичных ионов отражает соотношение между содержанием элементов, определить химический состав можно только с помощью относительных измерений.

Относительное измерение - это измерение отношения однородных величин, одна из которых принята за единицу или изменение измеряемой величины по отношению к одноименной величине, принимаемой за

исходную. Другими словами, относительное измерение основано на сравнении измеряемой величины с уже известным значением меры. Размер в этом случае определяют математическим суммированием размера установленной меры и показаний приборов.

Относительные измерения некоторых физических величин могут давать очень точные результаты. К таким величинам относятся: масса, длина, электрическое сопротивление, емкость, индуктивность, сила тока, разность потенциалов и пр.

В данной работе определяется погрешность относительных измерений методом ВИМС.

I. Структура дипломной работы

Введение

Глава 1. Теоретические основы метода ВИМС и обработки измерений

1.1 Исследование поверхности методом ВИМС

1.2 Факторы, существенные при проведении анализа методом ВИМС

1.3 Виды измерений применяемых в ВИМС

Глава 2. Порядок обработки результатов измерений

2.1 Методические указания по обработке результатов измерений

2.2 Оценка измеряемой величины и среднеквадратическое отклонение

2.3 Исключение грубых погрешностей

2.4 Доверительные границы случайной погрешности

2.5 Правила округления при обработке результатов измерений

Глава 3. Практическая часть

3.1 Описание установки вторично-ионной масс-спектрометрии

3.2 Расчеты

3.3 Расчет среднеквадратического отклонения

3.4 Округление

Заключение

II. Используемая теоретическая база

В области изучения поверхности ВИМС применяется в основном для идентификации поверхностных атомов и молекул и для изучения динамики поверхностных явлений. Кроме того, динамику поверхностных процессов можно изучать, не внося заметных возмущений, поскольку для полного анализа достаточно удалить всего лишь 10^{-6} внешнего атомного слоя вещества. Методом ВИМС исследуются такие поверхностные явления, как коррозия, катализ, диффузия и адсорбция.

В приборах ВИМС, в которых предусмотрено все необходимое для напуска газа и нагревания образцов, можно изучать поверхностные процессы. Информация, содержащаяся в спектрах как положительных, так и отрицательных вторичных ионов, дает некоторое представление о характере поверхностной связи и механизмах взаимодействия между газом и поверхностями. К хорошо документированным применениям ВИМС при изучении катализа относятся исследования разложения и синтеза аммиака на железе и состава поверхностного слоя серебра, используемого в качестве катализатора при окислении этилена. Каталитические процессы отличаются от реакций окисления или коррозии металлов тем, что активная зона каталитических реакций по размерам - порядка монослоя, тогда как при окислении она увеличивается из-за действия химических смещающих сил, направленных перпендикулярно границе раздела между адсорбированным слоем и металлом. Предметом ряда исследований, проведенных методом ВИМС, были различные образования поверхностных соединений.

Извлечение количественной информации о поверхностном слое или зоне реакции на поверхности сопряжено с известными трудностями. Но как показано выше, процессы на поверхности часто можно изучать и без приведения полученных данных к атомным концентрациям частиц. Тип вторичных ионов и изменение их токов в зависимости от времени, температуры и давления газа дают достаточную информацию для того, чтобы

судить о многих процессах, протекающих на поверхности образца. Во многих случаях высокая чувствительность и широкие возможности метода ВИМС компенсируют недостаточную количественную точность, позволяя извлекать качественные или полуколичественные сведения (особенно в плане качественного контроля при приготовлении и обработке поверхности), которые невозможно получить другими методами.

Измерение - процесс нахождения значения искомой величины опытным путем с помощью средств измерения.

Результатом процесса является значение физической величины $Q = qU$, где q - числовое значение физической величины в принятых единицах; U - единица физической величины. Значение физической величины Q , найденное при измерении, называют действительным.

Принцип измерений - совокупность физических явлений, положенных в основу измерений. Например, измерение массы тела при помощи взвешивания с использованием силы тяжести, пропорциональной массе, измерение температуры с использованием термоэлектрического эффекта.

Метод измерений - совокупность приемов использования средств и принципов измерений.

Средствами измерений (СИ) являются используемые технические средства, имеющие заданные метрологические свойства.

Существует множество видов измерений. В данной работе применялись относительные измерения, а так же находилась погрешность проведенных измерений.

III. Расчеты

Оценку измеряемой величины \bar{x} , за которую принимают среднее арифметическое значение исправленных результатов измерений, вычисляют по формуле

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

где x_i - i -й результат измерений;

n - число исправленных результатов измерений.

Если во всех результатах измерений содержится постоянная систематическая погрешность, ее допускается исключить после вычисления среднего арифметического значения неисправленных результатов измерений.

В целях удобства вычислений формулу допускается записать в виде

$$\bar{x} = a + \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$$

где a - близкое к \bar{x} значение, удобное для расчета;

$$y_i = x_i - a$$

Среднее квадратическое отклонение S группы, содержащей n результатов измерений, вычисляют по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Наличие случайных погрешностей вызывает рассеяние результатов измерений. В качестве основной числовой характеристики случайного рассеяния результатов измерений принята дисперсия $D = \sigma^2$ или стандартное отклонение σ . Ограниченное число результатов измерений позволяет получать лишь оценки этих характеристик (S^2 и S). Математическое ожидание оценки S^2 равно дисперсии ($M[S^2] = \sigma^2$), однако математическое

ожидание оценки S отлично от σ , так как оценка S смещена.

Несмещенную оценку S допускается вычислять по упрощенной формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1,5}}$$

В этом случае смещение оценки S не более 1%.

Среднее квадратическое отклонение среднего арифметического (оценки измеряемой величины) $S_{\bar{x}}$ вычисляют по формуле

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

Точность результатов измерений и точность вычислений при обработке результатов измерений должны быть согласованы с требуемой точностью получаемой оценки измеряемой величины.

Погрешность оценки измеряемой величины следует выражать не более чем двумя значащими цифрами.

Две значащие цифры в погрешности оценки измеряемой величины сохраняют:

- при точных измерениях;
- если первая значащая цифра не более трех.

Число цифр в промежуточных вычислениях при обработке результатов измерений должно быть на две больше, чем в окончательном результате.

Погрешность при промежуточных вычислениях должна быть выражена не более чем тремя значащими цифрами.

Сохраняемую значащую цифру в погрешности оценки измеряемой величины при округлении увеличивают на единицу, если отбрасываемая цифра неукзываемого младшего разряда больше либо равна пяти, и не изменяют, если она меньше пяти.

Заключение

В области анализа поверхности метод ВИМС был и остается одним из самых универсальных и чувствительных методов анализа. Поэтому была проделана работа по изучению погрешности относительных измерений на имеющемся оборудовании.

Так же в данной работе был изучен метод обработки данных и методика вычисления погрешностей.

В результате для данного вторично-ионного масс-спектрометра получена средняя величина отношения пиков Fe(56) и Cr(52).

Она равна $\bar{x} = 2,28$ с погрешностью 17%.