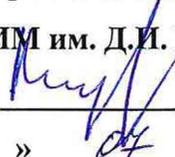


Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ-
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО



И.о. директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Е.П. Собина

» _____ 2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ

Дифрактометр рентгеновский

DDCOM

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 129-251-2020

г. Екатеринбург

2021 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 **РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательский институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
- 2 **ИСПОЛНИТЕЛЬ** ведущий инженер лаб. 251 к.т.н. Мигаль П.В.
- 3 **СОГЛАСОВАНА** и. о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Перечень операций поверки	4
4	Требования к условиям проведения поверки.....	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	5
8	Внешний осмотр средства измерений	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	6
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	6
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям ...	7
13	Оформление результатов поверки	7
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	9

Дата введения в действие: «__» _____ 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометр рентгеновский DDCOM (далее – дифрактометр), изготовленный фирмой Freiberg Instruments GmbH, Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка дифрактометра должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость дифрактометра обеспечивается использованием ГСО 10475-2014, аттестованные значения которого прослеживаются к единым международным единицам (СИ) посредством применения эталонных материалов SRM 660b, SRM 676a Национального института Стандартов и технологий (NIST), США.

1.3 Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»;
- Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик средства измерений	11	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка дифрактометра в соответствии с инструкцией по эксплуатации (далее – ИЭ). В дальнейшем все необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, дифрактометр бракуется, и выполняются операции по п. 13.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке дифрактометра допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и ИЭ на дифрактометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 10475-2014 Стандартный образец дифракционных свойств в кристаллической решетке (оксид алюминия) (SRM 1976b)	Аттестованное значение параметра кристаллической решетки a 0,4759137 нм, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,0000080$ нм (при $P=0,95$), аттестованное значение параметра кристаллической решетки c 1,299337 нм, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,000015$ нм (при $P=0,95$)
Дифрактометр рентгеновский X'pert	Дифрактометр должен иметь возможность проведения измерений углов разориентации методом тета-сканирования; диапазон измерений углов дифракции 2θ от минус 4 до 150°, пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов $\pm 0,025^\circ$; ФИФ ОЕИ №53098-13
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4
Пластины арсенида галлия	Толщина от 1 до 4 мм, номинальное значение угла разориентации $0,04^\circ$; $2,5^\circ$

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений – поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы длины поверяемого дифрактометра.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 15.12.2020 г. №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, требования безопасности, указанные в ИЭ дифрактометра.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо устанавливать:

- соответствие внешнего вида дифрактометра сведениям, приведенным в описании типа;

- отсутствие видимых повреждений дифрактометра;
- соответствие комплектности, указанной в ИЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготавливают дифрактометр в соответствии с ИЭ.

9.2 Стандартный образец, используемый при поверке, подготавливают согласно его паспорту; средства измерений, используемые при поверке, подготавливают согласно их эксплуатационной документации.

9.3 Включают дифрактометр и запускают программное обеспечение. Используя функцию управления «INIT» устанавливают соединение с дифрактометром и запускают процедуру инициализации. Передняя дверца должна быть закрыта. В окне задач отображается надпись «Инициализация началась». Данная процедура занимает около 45 с. Затем на экране появится надпись «Инициализация завершена», и кнопка «Start» станет активной. Если на экране персонального компьютера не появилось сообщение об ошибке, операция опробования считается пройденной с положительным результатом.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) дифрактометра. В нижнем правом углу главного окна ПО отображается наименование и номер версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	XRDSstudio
Номер версии ПО (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.1.20
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности измерений углов при определении параметров ориентации кристаллов (далее - углов разориентации)

11.1.1 Для поверки абсолютной погрешности измерений углов разориентации, $\Delta_{Ri}, ^\circ$, используют пластины арсенида галлия по п.6, действительное значение угла которых установлено в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки и соответствует началу и концу диапазона измерений.

11.1.2 Пластины арсенида галлия размещают в центре вращающейся платформы поверхностью основной оси вниз, боковую поверхность пластины выравнивают по плоскому ограничителю, закрывают переднюю дверцу дифрактометра и запускают процесс измерений. Полученный результат угла $R_{ij}, ^\circ$, записывают в протокол поверки. Проводят не менее трех измерений угла $R_{ij}, ^\circ$, каждой пластины арсенида галлия.

11.2 Проверка диапазона измерений углов

11.2.1 Проверку диапазона измерений углов проводят одновременно с проверкой абсолютной погрешности измерений по п.11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают абсолютную погрешность измерений углов Δ_{Ri} , °, по формуле

$$\Delta_{Ri} = R_{j\text{изм}} - R_{i\text{true}}, \quad (1)$$

где $R_{j\text{изм}}$ – j -ое измеренное значение угла разориентации i -ой пластины арсенида галлия, °;

$R_{i\text{true}}$ – действительное значение угла разориентации пластины арсенида галлия, установленное в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки, °;

12.2 Абсолютная погрешность измерений углов должна удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений углов ¹ , °	от 0 до 3
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений углов ¹ , °	± 0,05
¹ – при определении параметров ориентации кристаллов	

12.3 За диапазон измерений углов при определении параметров ориентации кристаллов принимают диапазон, указанный в таблице 4, если абсолютная погрешность измерений по п.12.1 удовлетворяет требованиям таблицы 4.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки дифрактометр признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки, или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

13.3 При отрицательных результатах поверки дифрактометр признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи

сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Разработчик:
Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ им.
Д.И.Менделеева», к.т.н.



П.В.Мигаль

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура установления действительного значения углов при определении параметров ориентации кристаллов пластин арсенида галлия

А.1 Оборудование и материалы:

- ГСО 10475-2014 Стандартный образец дифракционных свойств в кристаллической решетке (оксид алюминия) (SRM 1976b);
- Дифрактометр рентгеновский X'pert (ФИФ ОЕИ №53098-13);
- Пластины арсенида галлия по п.6 настоящей методики поверки.

А.2 Стандартный образец ГСО 10475-2014 помещают в держатель образцов дифрактометра рентгеновского X'pert, проводят съемку дифрактограммы. На каждой дифрактограмме измеряют угловое положение дифракционных максимумов $2\theta_{i_{изм}},^{\circ}$, для кристаллографических плоскостей с индексами Миллера (0.1.2), (1.0.4), (0.2.10).

А.3 Рассчитывают значение углов дифракционных максимумов, $2\theta_i,^{\circ}$, для i -ой кристаллографической плоскости в стандартном образце, согласно условию Вульфа-Брегга

$$2\theta_i = \frac{180}{\pi} \cdot 2 \cdot \arcsin\left(\frac{m\lambda}{2d_i}\right), \quad (\text{A.1})$$

где m – порядок дифракционного максимума (принимается равным 1);

λ – длина волны излучения рентгеновской трубки, с анодом из меди $\lambda=0,15406$ нм;

d_i – межплоскостное расстояние, нм, рассчитанное для i -ой кристаллографической плоскости по параметрам кристаллической решетки, указанным в паспорте стандартного образца, имеющего тригональную сингонию кристаллической решетки (оксид алюминия), по формуле

$$d_i = \frac{1}{\sqrt{\frac{4(h^2+hk+k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}}}, \quad (\text{A.2})$$

где h, k, l – индексы Миллера i -ой кристаллографической плоскости: (0.1.2), (1.0.4), (0.2.10).

a, c – аттестованные значения параметров кристаллической решетки стандартного образца ГСО 10475-2014, нм.

Значения углов дифракционных максимумов $2\theta_i,^{\circ}$, для кристаллографических плоскостей с индексами Миллера (0.1.2), (1.0.4), (0.2.10) в указанных выше условиях составляет $25,575^{\circ}$, $35,147^{\circ}$, $88,989^{\circ}$ соответственно.

Рассчитывают значение абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов $\Delta\theta_{ij},^{\circ}$, по формуле

$$\Delta\theta_i = 2\theta_{i_{изм}} - 2\theta_i. \quad (\text{A.3})$$

В качестве абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов принимают максимальное значение из полученного ряда значений $\Delta\theta_i$.

А.4 Измерение действительного значения углов при определении параметров ориентации кристаллов (далее - углов разориентации) пластин арсенида галлия проводят с использованием пластин по п.6 настоящей методики поверки с углами, соответствующими началу и концу диапазона измерений дифрактометра.

А.4.1 Устанавливают пластину арсенида галлия в держатель образцов дифрактометра рентгеновского X'pert таким образом, чтобы рентгеновское излучение, генерируемое рентгеновской трубкой, падало на поверхность пластинки, для которой проводится измерение угла разориентации, а базовый срез пластинки располагался в горизонтальной плоскости.

А.4.2 Устанавливают детектор рентгеновских лучей на угол $2\theta = 66,05^\circ$, соответствующий удвоенному углу Брэгга для рефлекса (400), а рентгеновский гониометр – на угол $\theta = 33,025^\circ$.

А.4.3 Вращают пластину вокруг вертикальной оси на угол $\pm(2-3)^\circ$ в обе стороны и находят рефлекс (400). Наклоняя образец на $\pm 2^\circ$ относительно вертикальной плоскости, находят такое его положение, при котором интенсивность рефлекса (400) становится максимальной. Записывают соответствующий угол θ_1 .

А.4.4 Разворачивают образец вокруг нормали к его поверхности на 180° и повторяют операции, описанные в А.4.3. Записывают соответствующее значение угла гониометра θ_2 .

А.4.5 Рассчитывают действительное значение угла разориентации R_{ij} по формуле

$$R_{ijtrue} = \frac{(\theta_{1ij} - \theta_{2ij})}{2}, \quad (\text{A.4})$$

где R_{ijtrue} – j -ый результат измерений угла разориентации i -ой пластинки арсенида галлия, $^\circ$;

θ_{1ij} – j -ый результат измерений угла дифракционного максимума θ_1 i -ой пластинки арсенида галлия, $^\circ$;

θ_{2ij} – j -ый результат измерений угла дифракционного максимума θ_2 i -ой пластинки арсенида галлия, $^\circ$.

А.4.6 Проводят не менее трех измерений действительного значения угла разориентации каждой пластины арсенида галлия. За результат принимают среднее арифметическое значение, рассчитанное по формуле

$$\bar{R}_{ittrue} = \frac{\sum_{n=1}^3 R_{ijtrue}}{n}, \quad (\text{A.5})$$

где n – количество измерений угла разориентации.

А.5 Расчет абсолютной погрешности измерений угла разориентации i -ой пластинки арсенида галлия проводят по формуле

$$\Delta_{Ri} = \pm 2 \cdot |\Delta_{\theta i}| \quad (\text{A.6})$$

где $\Delta_{\theta i}$ – абсолютная погрешность при измерении угловых положений дифракционных максимумов, рассчитанная по формуле А.3, $^\circ$.