

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГИИ СИ АО «НИЦПВ»



А.Ю.Кузин

2015 г.

Дифрактометр рентгеновский «MiniFlex 600»
фирмы Rigaku Corporation, Япония

Методика поверки

з.р. 62198-15

Москва
2015

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на дифрактометр рентгеновский «MiniFlex 600», заводской номер BD 63000262-01, фирмы Rigaku Corporation, Япония (далее – дифрактометр), предназначенный для измерений зависимости интенсивности отраженного пучка рентгеновских лучей от угла дифракции и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

2 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	7.1	да	да
2	Проверка работоспособности дифрактометра. Проверка программного обеспечения.	7.2	да	да
3	Определение среднего квадратического отклонения измерений угла 2Θ в условиях повторяемости	7.3.1	да	да
4	Определение погрешности измерений угла 2Θ	7.3.2	да	да

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки применяется образец, указанный в таблице 2.

Таблица 2. Стандартные образцы, используемые при поверке.

Номер пункта по методике поверки	Обозначение образца в данной методике поверки	Марка стандартного образца	Производитель
7.2, 7.3.1, 7.3.2	ПО-1	Стандартный образец дифракционных свойств SRM 640d (диапазон воспроизведения углов 2Θ от $28,441^\circ$ до $136,877^\circ$, нормированный параметр кристаллической решетки $0,543123 \pm 0,000008$ нм)	Национальный институт стандартов и технологий, США (NIST)

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

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают требования ГОСТ 12.3.019-80.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы с рентгеновскими дифрактометрами;
- изучившие руководство по эксплуатации дифрактометра и методику его поверки.

6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, % до 65;
- напряжение питания от сети переменного тока частотой (50/60) Гц, В от 100 до 240.

6.2. При проведении поверки не допускается резкое изменение температуры в пределах указанного диапазона, приводящее к выпадению росы на частях дифрактометра.

6.3 Подготовку дифрактометра к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.4 Перед проведением поверки дифрактометр должен быть полностью включен в соответствии с руководством по эксплуатации и выдержан во включенном состоянии не менее 4 часов.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

7.1.1 При проведении внешнего осмотра и проверке комплектности должно быть установлено соответствие дифрактометра следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, порядковый номер, год изготовления;
- прочность закрепления, плавность действия и обеспечение надежности фиксации всех органов управления;
- соответствие функциональному назначению и четкость всех надписей на органах управления и индикации;
- наружная поверхность не должна иметь следов механических повреждений, которые могут влиять на работу дифрактометра;
- чистота и целостность разъемов;
- соединительные провода должны быть исправными;
- комплектность дифрактометра должна соответствовать комплектности, указанной в эксплуатационной документации.

7.1.2 Результаты внешнего осмотра и проверку комплектности дифрактометра считают положительными, если выполняются все требования п.7.1.1.

7.2 Проверка работоспособности дифрактометра.

Проверка программного обеспечения

7.2.1 В соответствии с руководством по эксплуатации включить дифрактометр, убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и дифрактометром.

7.2.2 Установить в дифрактометр поверочный образец ПО-1.

7.2.3 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы напряжений на рентгеновской трубке в диапазоне от 20 кВ до 40 кВ, токов рентгеновской трубки в диапазоне от 2 мА до 15 мА.

7.2.4 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы начального и конечного углов сканирования по шкале 2 Θ .

7.2.5 В соответствии с руководством по эксплуатации установить следующие параметры съемки обзорного спектра образца ПО-1:

- щели Соллера на стороне первичного и дифрагировавшего пучков 2,5°;
- напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ;
- ток рентгеновской трубки 15 мА;
- шаг сканирования по шкале 2 Θ 0,01°;
- скорость сканирования 10°/мин;

- начальный угол 2Θ $27,0^\circ$;

- конечный угол 2Θ 145°

7.2.6 Записать обзорную дифрактограмму образца ПО-1.

7.2.7 На жестком диске управляющего компьютера открыть директорию c:\Program Files\Rigaku\Ras\Bin. В открывшейся директории найти файл RAS.exe. Скопировать указанный файл на внешний носитель. Используя алгоритм вычисления цифрового идентификатора (по ГОСТ Р 34.11-94), определить контрольную сумму указанного файла.

7.2.8 Дифрактометр считается годным к поверке, если на полученной дифрактограмме присутствуют интенсивные пики в угловых положениях, указанных в таблице 3, а полученная контрольная сумма (цифровой идентификатор) соответствует сведениям, приведенным в описании типа на дифрактометр (17AA8C9EE007B2291F54A7DBE98E8978DAC07552E52AD84D4CEB14216FF21B77).

Таблица 3. Наиболее интенсивные пики для поликристаллического кремния в диапазоне углов 2Θ от 28° до 145° .

Индексы Миллера hkl отражающей плоскости	Угловое положение $2\Theta_{ref}$, градусы (данные для SRM 640d) ^{*)}	Относительная высота пика, о.е.
111	28,441	100
220	47,300	65,8
311	56,119	35,7
331	76,371	13,3
422	88,024	17,2
531	114,082	9,7
620	127,532	8,4

^{*)} NIST. Certificate. Standard Reference Material 640d. Silicon Powder. Line position and Line Shape Standard for Powder Diffraction.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение среднего квадратического отклонения измерений угла 2Θ в условиях повторяемости

7.3.1.1 Измерения провести в условиях повторяемости: по одной и той же методике измерений, того же средства измерений, участие тех же операторов, в тех же рабочих условия, то же местоположение и выполнение повторных измерений на одном и том же или подобных объектах в течение короткого промежутка времени. Измерения провести на установленном в дифрактометр поверочном образце ПО-1. Провести измерения положений пиков, соответствующих отражающим плоскостям кремния (220), (422) и (531).

7.3.1.2 Режимы измерений:

- щели Соллера на стороне первичного и дифрагировавшего пучков $2,5^\circ$;
- напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ;
- ток рентгеновской трубки 15 мА;
- шаг сканирования по шкале 2Θ $0,01^\circ$;
- скорость сканирования $1^\circ/\text{мин}$.

Начальные и конечные углы сканирования для каждого пика приведены в таблице 4.

Таблица 4. Начальные и конечные углы сканирования в шкале 2Θ .

Индексы Миллера hkl отражающей плоскости	Начальный угол 2Θ , градус	Конечный угол 2Θ , градус
220	46,0	49,0
422	87,0	90,0
531	113,0	116,0

7.3.1.3 Провести по 4 измерения в каждом интервале углов, записав угловые положения указанных в таблице 4 линий.

7.3.1.4. Среднее квадратическое отклонение измерений угла 2Θ в условиях повторяемости $S_{2\Theta}$ вычислить по формуле:

$$S_{2\Theta} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n ((2\Theta)_i - \overline{(2\Theta)})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где $\overline{(2\Theta)} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (2\Theta)_i$ – среднее значение результатов измерений углового положения дифракционного максимума, градус;

$(2\Theta)_i$ – результат i -го измерения углового положения дифракционного максимума, градус;

$n = 4$ – число измерений в п.7.3.1.3.

7.3.1.4. В качестве значения $S_{2\Theta}$, относящегося ко всему диапазону измерений принимают максимальное значение, полученное по формуле (1) для пиков, соответствующих отражающим плоскостям (220), (422) и (531). Дифрактометр считается годным, если значение $S_{2\Theta}$ не более $0,02^\circ$.

7.3.2. Определение погрешности измерений угла 2Θ

7.3.2.1. Погрешность измерений угла 2Θ вычислить для пиков, соответствующих отражающим плоскостям (220), (422) и (531) по результатам, полученным в пп. 7.3.1.3 – 7.3.1.4 по формуле:

$$\Delta = K \sqrt{\frac{(\overline{(2\Theta)} - 2\Theta_{ref})^2}{3} + S_{2\Theta}^2}, \quad (2)$$

где $\overline{(2\Theta)}$ – среднее значение результатов измерений каждого пика, вычисленное в п.7.3.1.3, градус;

$2\Theta_{ref}$ – угловые положения дифракционных максимумов для пиков, соответствующих отражающим плоскостям (220), (422) и (531) стандартного образца SRM 640d (см. табл. 3);

$S_{2\Theta} = \frac{S_{2\Theta}}{\sqrt{n}}$ – среднее квадратическое отклонение величины $\overline{(2\Theta)}$, градус, $S_{2\Theta}$ – величина, вычисленная в п.7.3.1.4, градус;

$K = \frac{\varepsilon + (\overline{(2\Theta)} - 2\Theta_{ref})}{S_{2\Theta} + \frac{(\overline{(2\Theta)} - 2\Theta_{ref})}{\sqrt{3}}}$ – $\varepsilon = 3,182 S_{2\Theta}$ – граница случайной погрешности измерений углового положения дифракционного пика (без учета знака) для $P=0,95$, градус.

7.3.2.2 В качестве погрешности измерений угла 2Θ (Δ), относящейся ко всему диапазону измерений углов, принимают максимальное значение, полученное для

дифракционных пиков соответствующих отражающим плоскостям (220), (422) и (531). Дифрактометр считается годным, если значение Δ находится в пределах $\pm 0,1^\circ$.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

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

10.3 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

**Приложение А
(рекомендуемое)**

Форма протокола поверки микроскопа

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №__ (от__)

1. Средство измерений: дифрактометр рентгеновский «MiniFlex 600»

Принадлежит: _____

2.Заводской номер BD 63000262-01

3. Предприятие изготовитель: фирма Rigaku Corporation , Япония

4.Условия поверки:

- время начала поверки _____ час. _____ мин.
- время окончания поверки _____ час. _____ мин.
- температура окружающего воздуха в начале поверки _____ °С;
- температура окружающего воздуха по окончании поверки _____ °С;
- относительная влажность воздуха _____ %;
- напряжение питания сети _____ В;
- частота питающей сети _____ Гц.

5.Средства поверки:

1. Стандартный образец дифракционных свойств SRM 640d, NIST, США

6 Операции поверки

6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

Вывод: _____

6.2 Проверка работоспособности микроскопа. Проверка программного обеспечения

Вывод _____

6.3 Определение метрологических характеристик

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Единица измерений.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Среднее квадратического отклонения измерений угла 2Θ в условиях повторяемости		градус	0,02		
Погрешность измерений угла 2Θ		градус	$\pm 0,1$		

Заключение: По результатам поверки дифрактометр рентгеновский «MiniFlex 600», заводской номер BD 63000262-01, фирмы Rigaku Corporation, Япония, признан **годным** **негодным** (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель: _____

подпись

ФИО

«_____» _____ 20 ____ г.