

Приложение
к Руководству по эксплуатации
«Установка для анализа состава
монокристаллических плёнок
зав. № НГМК.430207.002.»

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель директора по
производственной метрологии
ФГУП «ВНИИМС»



Н. В. Иванникова

«14» 03 2017 г.

«УТВЕРЖДАЮ»

ВРИО генерального директора АО «НИЦПВ»



В. Д. Войтко

" 14 " 03 2017 г.

**Установка для анализа состава монокристаллических плёнок
зав. № НГМК.430207.002**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 304-001-2017

г. Москва
2017

Настоящая методика распространяется на установку для анализа состава монокристаллических плёнок по результатам анализа относительного изменения состава (величины рассогласования параметров кристаллических решеток) и устанавливает методы и средства её первичной (после ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации через установленный интервал между поверками.

Межповерочный интервал 1 год.

1 Операции поверки

При проведении поверки выполняются следующие операции*:

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр. Проверка на соответствие технической документации, комплектности, маркировке, упаковке, требованиям безопасности, опробование	6.1	+	-
2 Определение метрологических характеристик:			
Определение диапазона сканирования для регистрации отражённого рентгеновского излучения	6.2	+	-
Определение абсолютной и относительной погрешности определения параметров кристаллической решетки	6.3.1	+	+
Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения параметров кристаллической решетки	6.3.2	+	+
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерения угловых позиций брэгговских отражений	6.3.3	+	+

*Примечание — Проведение операций указывают знаками «+» или «—».

2 Средства поверки**

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
3	Психрометр ИВТМ-7 Диапазон измерений 0-100 %, ед. изм. 1% Диапазон измерений -20 - 50°C, ед. изм.
3	Барометр БЦМ-1 или БАММ-1 Диапазон измерений 945-1045 гПа, ед. изм. 1 гПа
6	Стандартный образец, ГСО 10828-2016 дифракционных свойств кристаллической решетки (кремний), ПРФ-4 (ПРФ-3) Контроль определения состава кристаллических веществ: Параметр кристаллической решетки в диапазоне (0,01 – 0,20) нм
6.1.2 6.2	Стандартный образец, дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия), ПРМ-17 № 304-1702-17 Проведение градуировки

****Примечание.** Возможно применение средств измерений утверждённого типа и оборудования, метрологические характеристики которых не хуже приведенных в таблице.

3 Требования к квалификации поверителей

3.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- знающие основы рентгеноструктурного анализа;
- имеющие опыт работы с установками для определения состава и свойств - дифрактометрическими средствами измерений, использующими коротковолновое излучение;
- изучившие техническое описание и Методику поверки поверяемой установки;
- допускаются к участию в измерениях операторы, имеющие опыт работы на установках для определения характеристик состава твёрдых веществ – установки рентгеновские и прошедшие обучение, годные по состоянию здоровья к работе с источниками ионизирующих излучений, сдавшие соответствующие экзамены по охране труда и технике безопасности

3.2 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя для данного вида измерений;
- знающие необходимые основы рентгеноструктурного анализа.

4 Требования безопасности

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в техническом описании на установку для анализа состава монокристаллических плёнок.

4.2 При проведении поверки должны соблюдаться:

а) Инструкция по охране труда и производственной санитарии при работе на установках рентгеноструктурного и рентгеноспектрального анализа 07562149.25000.007, либо более поздние издания этого руководства

б) Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности
СП 2.6.1.2612-10

в) Нормы радиационной безопасности НРБ –99/2009

Санитарные правила и нормативы СанПиН 2.6.1.2523 – 09

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.

5 Условия поверки

Наименование	Номинальное значение	Пределы номинальной области
Температура окружающего воздуха, °С	23	от 18 до 28
Относительная влажность воздуха, %	60	от 30 до 80
Атмосферное давление, кПа	100	от 84 до 106
Питание сети переменного тока - напряжением, В	220	от 198 до 242
- частотой, Гц	50	от 49 до 51

Должны отсутствовать внешние электрические и магнитные поля (кроме магнитного поля Земли).

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 Проводится проверка на соответствие технической документации (требованиям завода-изготовителя установки), комплектности, маркировке, упаковке, требованиям безопасности, опробование. Осматривают поверяемую рентгеновскую установку, убеждаются в исправности заземления, отсутствии внешних повреждений, наличии защитных заслонок на окнах рентгеновской трубки, исправности вентиляции и системы проточного охлаждения рентгеновской трубки. Проверяется срок годности стандартных образцов и сроки поверки средств измерений согласно п. 2.

6.1.2 Опробование.

Опробование установки проводят с использованием стандартных образцов после истечения времени установления рабочего режима, например с помощью стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решётки (кремний), ПРФ-4 (ПРФ-3), ГСО 10828-2016, № 304-1609-15.

При опробовании установки для анализа состава монокристаллических плёнок использовать программное обеспечение, установленное на установке.

Проверяют правильность функционирования аналиторных функций установки: задание и обработку времени экспозиции и др.

Проверяют правильность функционирования программы обработки дифракционных картин.

Проводят градуировку с применением СО дифракционных свойств, например ПРМ-17 № 304-1702-17, шкалы углов. Для СО ПРМ-17 измеряется угол, соответствующий брегговскому отражению от плоскости (0 0 12), определяется поправка, связанная с нулевым значением шкалы по данным разности между экспериментальным и расчётным значением угла для плоскости (0 0 12).

6.2 Определение диапазона сканирования для регистрации отраженного излучения

Для определения диапазона сканирования регистрации отраженного рентгеновского излучения следует:

- подготовить установку в комплектации предприятия - изготовителя (рентгеновская трубка, например, с медным Cu-анодом) к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации и Руководством по обработке данных;
- провести юстировку установки в соответствии с руководством по эксплуатации;
- установить в держатель образцов стандартный образец (например, ПРМ-17);
- установить для рентгеновской трубки оптимальные параметры электропитания (см. Руководство по эксплуатации), например, трубка с Cu-анодом:
 - высокое напряжение U, кВ 30;
 - ток трубки I, mA 20
- провести измерение характеристик дифракционной картины в диапазоне отсчетов от минимально допустимого значения до максимального значения с шагом сканирования 0,04-0,10 градуса и временем экспозиции в каждой точке 2-5 секунд;
- построить график зависимости интенсивности от результатов отсчета
- определить диапазон регистрации рентгеновского излучения, зафиксировав 2 крайних угловых положения детектора – с минимально и максимально возможными (min... и max).

Результат операции поверки считается положительным, если диапазон регистрации дифракционной картины для установки составляет, от 10 до 65 градус и от 100 до 169 градус.

6.3 Определение метрологических характеристик

Определяются следующие метрологические характеристики установки согласно пунктам 6.3.1 – 6.3.3 таблицы (раздел 1):

Включают установку согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают режим работы рентгеновской трубки: напряжение 30 кВ, ток 20 мА. Прогревают установку не менее двух часов.

Проведение измерений с использованием ГСО (стандартного образца утвержденного типа).

Устанавливают, например ГСО ПРФ-4 (ПРФ-3), в держателе образцов таким образом, чтобы пучок рентгеновских лучей падал на его рабочую поверхность.

Включают системный блок ПК, управляющий работой рентгеновского гониометра ГУР-8, ПДП приставки, заслонкой и детектором рентгеновских лучей. Согласно инструкции по использованию ПО RDPW с помощью дополнительных осей гониометра (двух поступательных осей - X, Z и двух поворотных осей - Хи, Фи) направляют рентгеновский луч на поверхность СО. Согласно инструкции по использованию ПО RDPW проводят проверку привязки системы гониометра и детектора рентгеновских лучей.

Рефлекс с индексами Миллера (111) от пластины ПРФ-4 (ПРФ-3) с применением ПО RDPW выводят на расчётный угол равный $\theta_{111} = 14,22$ градус, а детектор рентгеновских лучей – на $2\theta_{111} = 28,44$ градус. Вращая ручку гониометра, находят рефлекс с индексами Миллера (111). Угол гониометра должен отличаться от расчётного значения угла Брэгга не более чем на 0,01 градус.

Рефлекс с индексами Миллера (333) от пластины ПРФ-4 (ПРФ-3) с применением ПО RDPW выводят на расчётный угол равный $\theta_{333} = 47,48$ градус, а детектор рентгеновских лучей – на $2\theta_{333} = 94,95$ градус. Вращая ручку гониометра, находят рефлекс (333). Угол гониометра должен отличаться от расчётного значения угла Брэгга не более чем на 0,01 градус.

Проведение измерений.

Вводят в окне интерфейса программного обеспечения RDPW название СО ПРФ-4, задают углы сканирования (46,6 – 48,4 градус), шаг сканирования (0,005 градус), координаты осей X, Z, а также время набора импульсов в каждой точке сканирования (5 сек). Запускают сканирование.

Получают последовательно 3 серии по 2 сканирования для рефлекса (333) в положениях (1;1) и (1;-1) двухкристального спектрометра.

Первичную обработку дифрактограмм проводят с помощью программного обеспечения установки (получают значения максимумов угловых позиций для соответствующих отражений).

Результаты всех измерений записать в таблицы Протокола результатов измерений, согласно Инструкции по применению стандартного образца.

6.3.1 Определение абсолютной и относительной погрешности определения параметра кристаллической решетки.

Вычисление погрешности определения параметра кристаллической решетки ГСО ПРФ-4 (ПРФ-3).

- Провести обработку результатов измерений в соответствии с «Инструкцией по применению стандартного образца дифракционных свойств» по всем сериям измерений и вычислить их среднее значение.

- вычислить абсолютное отклонение Δ значения параметра решетки a от аттестованного значения параметра решетки $a_{\text{ГСО}}$, указанного в паспорте на стандартный образец, ПРФ-4 (ПРФ-3):

$$\Delta = \frac{\sum_{i=1}^n a_i}{n} - a_{\text{ГСО}} \quad (1)$$

где a_i – значение параметра единичного измерения, n – количество измерений, $a_{\text{ГСО}}$ – аттестованное значение параметра решетки.

- вычислить абсолютную погрешность ε определения параметров кристаллической решетки по формуле:

$$\varepsilon = 1,1 \cdot (\Delta^2 + \Delta_0^2)^{1/2} \quad (2)$$

где Δ_0 – абсолютная погрешность аттестованного значения стандартного образца при доверительной вероятности 0,95.

Результат операции поверки считается положительным, если значение ε не превышает 0,0002 нм.

- вычислить относительную погрешность $\varepsilon_{\text{отн.}}$ определения параметра кристаллической решетки по формуле:

$$\varepsilon_{\text{отн.}} = \frac{\varepsilon}{a_{\text{ГСО}}} \cdot 100\% \quad (3)$$

Результат операции поверки считается положительным, если значение $\varepsilon_{\text{отн.}}$ не превышает 0,02 %.

6.3.2 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения параметра кристаллической решетки

Вычисляется по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (a_i - a_{\text{ср.}})^2}{n-1}}$$

где a_i - i -ое определённое значение параметра кристаллической решетки,

$a_{\text{ср.}}$ - среднее значение для n определений,

n - число измерений.

Результат операции поверки считается положительным, если значение S не превышает 0,00005 нм.

6.3.3 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения максимумов угловых позиций брэгговских отражений***

Вычисляется по формуле:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\theta_i - \theta_{\text{ср.}})^2}{n-1}}$$

где θ_i - i -ое измеренное значение угла максимума отражения,

$\theta_{\text{ср.}}$ - среднее значение для n измерений,

n - число измерений.

Результат операции поверки считается положительным, если значение СКО не превышает значения по 2θ , градус:

на диапазоне 10-65 градус	0,005
на диапазоне 100-169 градус	0,006

7. Оформление результатов поверки

7.1 При положительных результатах поверки установка признаётся годной к применению, на неё выдаётся Свидетельство о поверке в соответствии с Приказом № 1815 Минпромторга России от 02 июля 2015 г. и ставится знак поверки.

7.2 При отрицательных результатах поверки установка признаётся непригодной к эксплуатации, в соответствии с Приказом № 1815 Минпромторга России от 02 июля 2015 г., на неё оформляется извещение о непригодности.

Разработчики настоящей МП:

Инженер I кат. лаб. 304 ФГУП «ВНИИМС»



И. Л. Коммель

Начальник лаб. 304 ФГУП «ВНИИМС»



Б. Н. Кодесс