

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. Соби́на

» \_\_\_\_\_ 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 $2\theta$ 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°; 2,5°

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 устанавливают:

- 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	XRDSudio
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 Пластину 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  $\Delta_{Ri}$ , °, 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 <sup>1</sup> , °	от 0 до 3
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений углов <sup>1</sup> , °	± 0,05
<sup>1</sup> – 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);

$\lambda$  – 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  $\theta_1$ .

А.4.4 Разворачивают образец вокруг нормали к его поверхности на  $180^\circ$  и повторяют операции, описанные в А.4.3. Записывают соответствующее значение угла гониометра  $\theta_2$ .

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, $^\circ$ ;

$\theta_{1ij}$  –  $j$ -ый результат измерений угла дифракционного максимума  $\theta_1$   $i$ -ой пластинки арсенида галлия, $^\circ$ ;

$\theta_{2ij}$  –  $j$ -ый результат измерений угла дифракционного максимума  $\theta_2$   $i$ -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, $^\circ$ .