ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.696— 2010

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕЖПЛОСКОСТНЫЕ РАССТОЯНИЯ В КРИСТАЛЛАХ И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ИНТЕНСИВНОСТЕЙ В ДИФРАКЦИОННЫХ КАРТИНАХ

Методика выполнения измерений с помощью электронного дифрактометра

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума», Федеральным государственным учреждением «Российский научный центр «Курчатовский институт», Государственным учреждением Российской академии наук «Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова» и Государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский физико-технический институт (государственный университет)»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 441 «Нанотехнологии и наноматериалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 февраля 2010 г. № 10-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2010, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Требования к погрешности измерений 3
5 Средства измерений и вспомогательные устройства 3
6 Метод измерений 4
7 Требования безопасности 4
8 Требования к квалификации операторов 4
9 Условия измерений 4
10 Подготовка и проведение измерений 4
11 Обработка результатов измерений 5
12 Контроль погрешности результатов измерений 7
13 Оформление результатов измерений 9
Приложение А (справочное) Результаты измерений межплоскостных расстояний в кристалле и интенсивности рефлексов в дифракционной картине 10
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕЖПЛОСКОСТНЫЕ РАССТОЯНИЯ В КРИСТАЛЛАХ И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ИНТЕНСИВНОСТЕЙ В ДИФРАКЦИОННЫХ КАРТИНАХ

Методика выполнения измерений с помощью электронного дифрактометра

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Interplanar spacings in crystals and the intensity distribution in diffraction patterns. Methods for measurement by means of an electron diffractometer

Дата введения — 2010—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику выполнения измерений межплоскостных расстояний в кристаллах, кристаллических тонких пленках и покрытиях, нанокристаллах (далее — кристаллах) и распределений интенсивностей рефлексов в дифракционных картинах, полученных при дифракции пучка электронов на кристаллах, с помощью электронного дифрактометра (далее — электронографа).

Настоящий стандарт применяют для определения межплоскостных расстояний в кристаллах в диапазоне линейных размеров от 0,08 до 20,00 нм и распределения токовых интенсивностей рефлексов в дифракционных картинах, полученных от кристаллов, в диапазоне от 10^{-14} до 10^{-6} А.

Настоящий стандарт не устанавливает методику определения типа элементарной решетки кристалла и индексов Миллера плоскостей кристалла, между которыми вычисляют расстояния.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.045 Система стандартов безопасности труда. Электростатические поля. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по РМГ 29 [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

Издание официальное

3.1 м**ежплоскостное расстояние в кристалле:** Минимальное расстояние между кристаллографическими плоскостями в кристалле, характеризующимися определенным набором значений индексов Миллера.

Примечание — Индексы Миллера — набор из трех целых чисел, характеризующий пространственно-угловую ориентацию кристаллографических плоскостей в кристалле так, что определенный набор их значений соответствует некоторой совокупности параллельных плоскостей в кристалле.

3.2 **токовый рефлекс:** Обособленная область на электронограмме, локально отличающаяся от окружающих ее областей большей яркостью (на мониторе электронно-вычислительного устройства регистрирующей системы) и измеряемая за счет попадания на детектор электронного пучка при выполнении условий дифракции.

Примечание — Множество токовых рефлексов формирует дифракционную картину.

3.3 **электрометрическая электронограмма (электронограмма):** Дифракционная картина кристалла, зарегистрированная с помощью электрического детектора путем измерения электронного тока в каждой точке исследуемого участка дифракционной картины.

3.4 **дифракционное кольцо (токовых рефлексов):** Совокупность токовых рефлексов на электронограмме, находящихся на одном расстоянии от ее центра.

3.5 **эллиптичность (электронографа):** Отклонение геометрической формы дифракционного кольца от окружности.

Примечание — Эллиптичность количественно определяют отношением разности значений диаметров одного и того же дифракционного кольца в двух взаимно перпендикулярных направлениях к большему из этих диаметров.

3.6 **интенсивность (токового рефлекса):** Яркость токового рефлекса на электрометрической электронограмме.

Примечание — Интенсивность токового рефлекса измеряют силой тока электронного пучка, падающего на детектор и формирующего данный рефлекс.

3.7 **постоянная электронографа:** Числовая величина, зависящая от геометрических параметров и режима работы электронографа и определяющая взаимосвязь между линейными расстояниями на получаемой электронограмме и межплоскостными расстояниями в кристалле.

Примечание — Постоянная электронографа равна удвоенному произведению значения длины волны падающих на кристалл электронов на расстояние от точки вхождения пучка в кристалл до детектора.

3.8 **погрешность (результата) измерения:** Отклонение результата измерения от истинного (действительного) значения измеряемой величины (см. [1]).

3.9 **абсолютная погрешность измерения:** Погрешность измерения, выраженная в единицах измеряемой величины (см. [1]).

3.10 **относительная погрешность измерения:** Погрешность измерения, выраженная отношением абсолютной погрешности измерения к действительному или измеренному значению измеряемой величины (см. [1]).

3.11 **статистическая погрешность измерения интенсивности (токового рефлекса):** Относительная погрешность измерения интенсивности токового рефлекса на каждом отдельном шаге сканирования дифракционной картины в режиме счета токовых рефлексов на детекторе.

Примечание — Статистическая погрешность измерения интенсивности равна отношению единицы к корню квадратному от заданного количества токовых импульсов на детекторе при накоплении сигнала на каждом отдельном шаге сканирования дифракционной картины.

3.12 **среднеквадратическая погрешность результата измерений среднеарифметического:** Оценка $S_{\bar{x}}$ случайной погрешности среднеарифметического значения результата измерений одной и той же величины в данном ряду измерений, вычисляемая по формуле

$$S_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(x_i - \bar{x}\right)^2}{n(n-1)}}, \qquad (3.1)$$

где x_i — результат i-го единичного измерения;

$\bar{x}$ — среднеарифметическое значение измеряемой величины из n единичных результатов;

n — число единичных измерений в ряду (см. [1]).

3.13 **доверительные границы погрешности (результата измерений):** Наибольшее и наименьшее значения погрешности измерений, ограничивающие интервал, внутри которого с заданной вероятностью находится искомое (истинное) значение погрешности результата измерений (см. [1]).

4 Требования к погрешности измерений

4.1 Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений межплоскостных расстояний в кристаллах должны быть не более ± 1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.2 Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений интенсивностей токовых рефлексов должны быть не более ± 2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5 Средства измерений и вспомогательные устройства

5.1 Электронограф, обладающий следующими техническими характеристиками:

- значение ускоряющего напряжения высоковольтного источника электронов должно быть не менее 50000 В;
- относительное отклонение ускоряющего напряжения должно быть не более 10^{-3} % в течение 30 мин его работы;
- эллиптичность должна быть не более 0,1 % для каждого из двух измерений эллиптичности дифракционного кольца, проведенных для двух пар взаимно перпендикулярных диаметров, повернутых относительно друг друга на 45°.

Электронограф должен обладать системой сканирования для прецизионной регистрации электронограмм, позволяющей осуществлять сканирование электронно-дифракционной картины в двух взаимно перпендикулярных направлениях в угловом диапазоне не менее ± 3° с шагом сканирования не более 0,15′ и суммарной систематической ошибкой отклонения не более 0,05′.

Система сканирования и регистрации электронографа должна обеспечивать возможность проведения измерений в двух основных режимах: быстром и медленном. В режиме быстрого сканирования измерения проводят с шагом от 0,5′ до 1,5′ со статистикой счета токовых рефлексов, соответствующей статистической ошибке измерения интенсивности от 5 % до 10 %. В режиме медленного сканирования, применяемого для прецизионных измерений распределения интенсивности в рефлексах, значение шага должно быть от 0,05′ до 0,15′, а задаваемое количество токовых импульсов на детекторе при накоплении сигнала на каждом отдельном шаге сканирования должно обеспечивать статистическую погрешность измерения интенсивности токового рефлекса не более 2 %.

Электронограф должен быть оснащен электронно-вычислительным устройством, позволяющим:

- осуществлять визуальный контроль дифракционной картины на экране монитора;
- производить запись электронограмм в память электронно-вычислительного устройства;
- измерять расстояния между рефлексами на электронограмме с угловым разрешением не менее 0,05′;
- измерять относительное распределение интенсивностей в дифракционной картине.

5.2 Кристаллодержатель, обеспечивающий:

- возможность наклона образца в вертикальной плоскости, проходящей через ось колонны прибора и расположенной перпендикулярно к стеклу смотрового окна, предназначенному для предварительного визуального наблюдения электронограммы;
- вращение образца в азимутальной плоскости, расположенной перпендикулярно к оси колонны прибора;
- перемещение образца в двух взаимно перпендикулярных направлениях в азимутальной плоскости.

5.3 Калибровочный образец поликристаллической структуры (далее — калибровочный образец), в паспорте (формуляре) которого приведены следующие данные:

- тип кристаллической структуры составляющих калибровочный образец монокристаллических зерен;
- значения межплоскостных расстояний не менее чем для 10 кристаллографических плоскостей с различными наборами индексов Миллера, которым на электронограмме соответствуют дифракционные кольца с различными значениями диаметров;

- абсолютные и/или относительные погрешности измерения межплоскостных расстояний, вычисленные при выполнении условий окружающей среды, указанных в разделе 9. Относительные погрешности измерения межплоскостных расстояний в калибровочном образце должны быть не более 0,7 %.

5.4 Средства контроля параметров окружающей среды и иных условий проведения измерений с относительными погрешностями не более 30 % значений допусков, установленных в разделе 9.

6 Метод измерений

Метод измерений межплоскостных расстояний и интенсивностей токовых рефлексов основан на анализе электронограммы, получаемой в результате дифракции электронного пучка на исследуемом образце с кристаллической внутренней структурой. Токовые рефлексы в дифракционной картине возникают из-за интерференции электронных пучков, отраженных от системы параллельных кристаллографических плоскостей. Каждый рефлекс на электронограмме соответствует кристаллографическим плоскостям с определенными значениями индексов Миллера, идентифицирующими ориентацию этих плоскостей относительно кристалла. По результатам измерения расстояний между центросимметричными рефлексами на электронограмме вычисляют расстояние между ближайшими друг к другу параллельными плоскостями, характеризующимися определенными значениями индексов Миллера.

7 Требования безопасности

При проведении измерений необходимо соблюдать правила электробезопасности по [2], [3], требования по обеспечению безопасности на рабочих местах по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.045, [4], [5] и [6], а также требования, установленные в эксплуатационной документации на используемый электронограф.

Рабочие места операторов, проводящих измерения, должны быть аттестованы по условиям труда в соответствии с требованиями трудового законодательства.

8 Требования к квалификации операторов

Измерения должны проводить штатные сотрудники предприятия, имеющие высшее или среднее специальное образование, соответствующую профессиональную подготовку, опыт самостоятельной работы с электронографом не менее одного года, прошедшие инструктаж по электро- и радиационной безопасности и изучившие требования настоящего стандарта.

9 Условия измерений

Измерения должны проводиться в следующих условиях:

- температура окружающей среды .....(20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха.....(60 ± 15) %;
- атмосферное давление .....(101 ± 5) кПа;
- температура охлаждающей воды .....(15 ± 5) °С;
- напряжение питания в сети .....(220 ± 11) В;
- частота питающей сети.....(50 ± 0,2) Гц.

10 Подготовка и проведение измерений

10.1 Подготовку к измерениям межплоскостных расстояний в кристалле и интенсивностей рефлексов на дифракционной картине проводят в порядке, указанном в 10.1.1—10.1.4.

10.1.1 Измеряют параметры окружающей среды, температуру охлаждающей воды и показатели качества питающей электрической сети при соблюдении условий, указанных в разделе 9.

10.1.2 Проводят внешний осмотр электронографа, при котором должно быть установлено:

- соответствие комплекта поставки электронографа данным, указанным в паспорте;
- отсутствие механических повреждений функциональных элементов электронографа.

10.1.3 Включают электронограф в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

10.1.4 Осуществляют прогрев электронно-оптической, сканирующей и измерительной систем электронографа в течение 2 ч.

10.2 Значение постоянной электронографа определяют следующим образом.

10.2.1 Калибровочный образец помещают в кристаллодержатель, который устанавливают в колонну электронографа.

10.2.2 Выбирают участок калибровочного образца путем перемещения образца с помощью кристаллодержателя и анализа электронограмм, полученных в режиме быстрого сканирования. При этом электронограмма выбранного участка, визуально наблюдаемая на экране монитора электронно-вычислительного устройства, должна обладать наиболее четко выраженной контрастностью и яркостью рефлексов.

10.2.3 Сканируют в автоматическом режиме дифракционную картину калибровочного образца в двух взаимно перпендикулярных направлениях во всем угловом диапазоне ее наблюдения.

При этом сначала проводят быстрое сканирование для определения положения рефлексов, а затем выбирают области вокруг них на электронограмме для проведения медленного сканирования выбранных участков дифракционной картины.

10.2.4 В режиме медленного сканирования измеряют каждый из выбранных участков дифракционной картины $n \geq 5$ раз для обеспечения заданной погрешности измерений.

10.2.5 Сохраняют в памяти электронно-вычислительного устройства все электрометрические электронограммы с порядковыми номерами i (i = 1, 2, ..., n), полученные по 10.2.4. Каждая электронограмма должна содержать всю дифракционную картину калибровочного образца с угловыми координатами и значениями интенсивности (силы тока) электронного пучка в каждой точке сканирования.

10.3 Измерения на электронографе межплоскостных расстояний в кристалле и интенсивностей рефлексов на дифракционной картине проводят в порядке, указанном в 10.3.1—10.3.6.

10.3.1 Помещают исследуемый кристалл в кристаллодержатель в том же положении, в котором устанавливался калибровочный образец.

10.3.2 Устанавливают кристаллодержатель с кристаллом в колонну электронографа в том же положении, в котором устанавливался калибровочный образец.

10.3.3 Участок кристалла для исследования выбирают путем перемещения образца с помощью кристаллодержателя и анализа электронограмм, полученных в режиме быстрого сканирования. При этом электронограмма искомого участка кристалла, визуально наблюдаемая на экране монитора электронно-вычислительного устройства, должна обладать наиболее четко выраженной контрастностью и яркостью рефлексов.

10.3.4 Сканируют в автоматическом режиме дифракционную картину в двух взаимно перпендикулярных направлениях во всем угловом диапазоне ее наблюдения.

При этом первоначально проводят быстрое сканирование для определения положения токовых рефлексов и выбирают области вокруг них на электронограмме для проведения медленного сканирования выбранных участков дифракционной картины.

10.3.5 В режиме медленного сканирования измеряют каждый из выбранных участков дифракционной картины $l > 5$ раз для обеспечения заданной погрешности измерений.

10.3.6 Сохраняют в памяти электронно-вычислительного устройства все электрометрические электронограммы с порядковыми номерами i (i = 1, 2, ..., l), полученные по 10.3.5. Каждая электоронограмма должна содержать всю дифракционную картину, полученную от исследуемого кристалла, с угловыми координатами и значениями интенсивности (силы тока) электронного пучка в каждой точке сканирования.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Результаты измерений угловых координат рефлексов на полученной дифракционной картине от поликристаллического калибровочного образца обрабатывают в последовательности, указанной в 11.1.1—11.1.4.

11.1.1 На i-й электронограмме (i = 1,2,..., n) калибровочного образца выбирают $m \geq 4$ дифракционных колец, обладающих достаточно высокой яркостью и контрастностью рефлексов. В паспорте (формуляре) калибровочного образца должны быть указаны значения межплоскостных расстояний между кристаллографическими плоскостями, от которых получены рассматриваемые дифракционные кольца.

11.1.2 С помощью программного обеспечения электронно-вычислительного устройства вычисляют диаметры $2r_{ij}$ в миллиметрах выбранных дифракционных колец (j = 1,2,..., m).

11.1.3 Вычисляют i-е значение постоянной электронографа $\hat{B}_i$, мм · нм, по данным i-й электронограммы по формуле

$$\hat{B}_i = \frac{\sum_{j=1}^{m} \frac{d_j^{(st)}}{2r_{ij}\left(S_{d_j}^{(st)}\right)^2}}{\sum_{j=1}^{m} \frac{1}{4r_{ij}^2\left(S_{d_j}^{(st)}\right)^2}}, \qquad (11.1)$$

где $2r_{ij}$ — значение диаметра j-го дифракционного кольца, вычисленное по 11.1.2, мм;

$d_j^{(st)}$ — значение межплоскостного расстояния для системы кристаллографических плоскостей, от которых формируется выбранное по 11.1.1 j-е дифракционное кольцо, приведенное в паспорте (формуляре) калибровочного образца, нм;

$S_{d_j}^{(st)}$ — суммарное среднеквадратическое отклонение межплоскостного расстояния $d_j^{(st)}$, указанное в паспорте (формуляре) или вычисленное на основе погрешности, приведенной в паспорте (формуляре) калибровочного образца, для условий окружающей среды, установленных в разделе 9, нм;

m — число выбранных по 11.1.1 дифракционных колец на электронограмме калибровочного образца.

11.1.4 Определяют среднеарифметическое значение постоянной электронографа $\bar{B}$, мм · нм, по формуле

$$\bar{B} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \hat{B}_i}{n}, \qquad (11.2)$$

где $\hat{B}_i$ — i-е значение постоянной электронографа, вычисленное по 11.1.3 по данным i-й электронограммы, мм · нм;

n — число регистраций электронограммы одного и того же участка калибровочного образца по 10.2.5.

11.2 Результаты измерений угловых координат рефлексов на дифракционной картине исследуемого кристалла обрабатывают в порядке, указанном в 11.2.1—11.2.3.

11.2.1 На i-й электронограмме кристалла ($i = 1,2,\ldots, l$) присваивают порядковые номера дифракционным отражениям по мере их удаления от центра дифракционной картины, начиная с наименьшего. С помощью программного обеспечения электронно-вычислительного устройства вычисляют расстояния $2r_i^{(k)}$ в миллиметрах между парами центрально-симметричных наиболее ярких и контрастных рефлексов, имеющих одинаковые расстояния от центра (одинаковые межплоскостные расстояния) с номером k.

11.2.2 Вычисляют среднеарифметическое значение расстояния между рефлексами $2\bar{r}^{(k)}$, мм, по формуле

$$2\bar{r}^{(k)} = \frac{\sum_{i=1}^{l} 2r_i^{(k)}}{l}, \qquad (11.3)$$

где $2r_i^{(k)}$ — расстояние между двумя рефлексами с номером k на i-й электронограмме, вычисленное по 11.2.1, мм;

l — число регистраций электронограммы одного и того же участка исследуемого кристалла по 10.3.5.

11.2.3 Вычисляют межплоскостное расстояние $d^{(k)}$, нм, между параллельными плоскостями, формирующими дифракционные отражения с номером k, по формуле

$$d^{(k)} = \frac{\bar{B}}{2\bar{r}^{(k)}}, \qquad (11.4)$$

где $\bar{B}$ — среднеарифметическое значение постоянной электронографа, вычисленное по 11.1.4, мм · нм;

$2\bar{r}^{(k)}$ — среднеарифметическое значение расстояния между рефлексами с номером k, вычисленное по 11.2.2, мм.

11.3 Среднеарифметическое значение интенсивности каждого токового рефлекса I, А, в дифракционной картине вычисляют по формуле

$$I = \frac{\sum_{i=1}^{l} I_i}{l}, \qquad (11.5)$$

где I_i — значение интенсивности рассматриваемого рефлекса на i-й электронограмме, измеренное по 10.3.6, А;

l — число регистраций электронограммы одного и того же участка калибровочного образца по 10.3.5.

12 Контроль погрешности результатов измерений

12.1 Среднеквадратическое отклонение $S_{\hat{B}_i}$, нм · мм, i-го значения постоянной электронографа, вычисленное по 11.1.3 по данным i-й электронограммы, вычисляют по формуле

$$S_{\hat{B}_i} = \frac{1}{\sqrt{\sum_{j=1}^{m} \frac{1}{2r_{ij}^2 \left(S_{d_j}^{(st)}\right)^2}}}, \qquad (12.1)$$

где $2r_{ij}$ — значение диаметра j-го дифракционного кольца на i-й электронограмме калибровочного образца, вычисленное по 11.1.2, мм;

$S_{d_j}^{(st)}$ — погрешность измерения межплоскостного расстояния $d_j^{(st)}$, указанная в паспорте (формуляре) калибровочного образца при условиях окружающей среды, приведенных в разделе 9, нм;

m — число выбранных по 11.1.1 дифракционных колец на электронограмме калибровочного образца.

12.2 Среднеквадратическое отклонение $S_{\bar{B}}$, мм · нм, среднеарифметического значения постоянной электронографа $\bar{B}$, определяемое для всех n зарегистрированных электронограмм, вычисляют по формуле

$$S_{\bar{B}} = \frac{1}{n}\sqrt{\sum_{i=1}^{n}\left(S_{\hat{B}_i}\right)^2}, \qquad (12.2)$$

где $S_{\hat{B}_i}$ — погрешность измерения i-го значения постоянной электронографа, вычисленная по 12.1 по данным i-й электронограммы калибровочного образца, нм · мм;

n — число регистраций электронограммы одного и того же участка калибровочного образца по 10.2.5.

12.3 Среднеквадратическую погрешность $S_{2\bar{r}}^{(k)}$, мм, результата измерений среднеарифметического значения расстояния $2\bar{r}^{(k)}$ между рефлексами на k-м кольце дифракционной картины исследуемого кристалла вычисляют по формуле

$$S_{2\bar{r}}^{(k)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{l}\left(2r_i^{(k)} - 2\bar{r}^{(k)}\right)^2}{l(l-1)}}, \qquad (12.3)$$

где $2r_i^{(k)}$ — расстояние между двумя рефлексами с номером k на i-й электронограмме, вычисленное по 11.2.1, мм;

$2\bar{r}^{(k)}$ — среднеарифметическое значение расстояния между рефлексами с номером k, вычисленное по 11.2.2, мм;

l — число регистраций электронограммы одного и того же участка исследуемого кристалла по 10.3.5.

12.4 Суммарную погрешность $S_d^{(k)}$, нм, измерения межплоскостного расстояния между параллельными плоскостями, формирующими дифракционные отражения с номером k, вычисляют по формуле

$$S_d^{(k)} = d^{(k)}\sqrt{\left(\frac{S_{\bar{B}}}{\bar{B}}\right)^2 + \left(\frac{S_{2\bar{r}}^{(k)}}{2\bar{r}^{(k)}}\right)^2}, \qquad (12.4)$$

где $d^{(k)}$ — межплоскостное расстояние между параллельными плоскостями кристалла, формирующими дифракционные отражения с номером k, вычисленное по 11.2.3, нм;

$\bar{B}$ — среднеарифметическое значение постоянной электронографа, вычисленное по 11.1.4, мм · нм;

$S_{\bar{B}}$ — суммарная погрешность измерения среднеарифметического значения постоянной электронографа, вычисленная по 12.2, мм · нм;

$2\bar{r}^{(k)}$ — среднеарифметическое значение расстояния между парой рефлексов с номером k, вычисленное по 11.2.2, мм;

$S^{(k)}_{2\bar{r}}$ — среднеквадратическая погрешность результата измерений среднеарифметического значения расстояния $2\bar{r}^{(k)}$ между рефлексами с номером k дифракционной картины исследуемого кристалла, вычисленная по 12.3, мм.

12.5 Доверительную границу суммарной погрешности $\Delta d^{(k)}$, нм, измерения межплоскостного расстояния между параллельными плоскостями, формирующими пару рефлексов с номером k, вычисляют при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ по формуле

$$\Delta d^{(k)} = 4{,}47 S_d^{(k)}, \tag{12.5}$$

где $S_d^{(k)}$ — суммарная погрешность измерения межплоскостного расстояния в кристалле, вычисленная по 12.4, нм.

12.6 Относительную погрешность измерения $\delta_d^{(k)}$, %, межплоскостного расстояния между параллельными плоскостями, формирующими пару дифракционных отражений с номером k, вычисляют по формуле

$$\delta_d^{(k)} = \frac{\Delta d^{(k)}}{d^{(k)}} 100, \tag{12.6}$$

где $\Delta d^{(k)}$ — доверительная граница суммарной погрешности измерения межплоскостного расстояния между параллельными плоскостями, формирующими пару дифракционных отражений с номером, вычисленная по 12.5, нм;

$d^{(k)}$ — межплоскостное расстояние между параллельными плоскостями, формирующими пару дифракционных отражений с номером k, вычисленное по 11.2.3, нм.

12.7 Среднеквадратическую погрешность S_I, А, результата измерений среднеарифметического значения интенсивности рефлекса вычисляют по формуле

$$S_I = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{l} (I_i - I)^2}{l(l-1)}}, \tag{12.7}$$

где I_i — значение интенсивности рассматриваемого рефлекса на i-й из l имеющихся электронограмм, измеренное по 10.3.6, А;

I — среднеарифметическое значение интенсивности токового рефлекса в дифракционной картине исследуемого кристалла, вычисленное по 11.3, А;

l — число регистраций электронограммы одного и того же участка исследуемого кристалла по 10.3.5.

12.8 Доверительную границу погрешности ΔI, А, измерений среднеарифметического значения интенсивности рефлекса вычисляют при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ по формуле

$$\Delta I = 2{,}57\ S_I, \tag{12.8}$$

где S_I — среднеквадратическая погрешность результата измерений среднеарифметического значения интенсивности рефлекса, вычисленная по 12.7, А.

Примечание — Значение критерия Стьюдента $t = 2{,}57$ принято при числе регистраций результатов сканирования по 10.3.5, равном $l = 6$. При увеличении числа регистраций значение критерия Стьюдента будет уменьшаться.

12.9 Относительную погрешность $\delta_{\Delta I}$, %, измерения интенсивности токовых рефлексов вычисляют по формуле

$$\delta_{\Delta I} = \frac{\Delta I}{I} = 100, \tag{12.9}$$

где ΔI — доверительная граница погрешности измерения среднеарифметического значения интенсивности рефлекса, вычисленная по 12.8, А;

I — среднеарифметическое значение интенсивности рефлекса, вычисленное по 11.3, А.

12.10 Проводят сравнение значений относительных погрешностей измерений $\delta_d^{(k)}$ и $\delta_{\Delta I}$, вычисленных по 12.6 и 12.9 соответственно, со значениями погрешностей измерений, приведенными в разделе 4.

Если вычисленные по 12.6 и 12.9 значения погрешностей превышают предельные значения по 4.1 и 4.2 соответственно, то выясняют причины превышения, устраняют их и проводят повторные измерения в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

13 Оформление результатов измерений

13.1 Результаты измерений межплоскостных расстояний и интенсивностей рефлексов в дифракционной картине кристалла оформляют в виде протокола по форме, принятой на предприятии, проводившем измерения.

13.2 В протоколе должны быть приведены следующие сведения:

- полное и сокращенное наименование предприятия, проводившего измерение;
- дата проведения измерений;
- основание и цель проведения измерений;
- тип и номер основных средств измерений и вспомогательных устройств;
- данные об условиях проведения измерений (параметры окружающей среды, температура охлаждающей воды, показатели качества питающей электрической сети);
- идентификационные данные образцов кристаллов, характеристики которых подвергались измерениям;
- измеренные значения межплоскостных расстояний между кристаллографическими плоскостями;
- значения интенсивностей рефлексов дифракционной картины кристалла;
- значения доверительных границ и относительных погрешностей измерений всех характеристик кристалла при доверительной вероятности $P = 0,95$;
- должности, фамилии, инициалы и подписи сотрудников, проводивших измерения и обработку результатов.

Значения измеренных межплоскостных расстояний и интенсивностей рефлексов, а также погрешностей их измерений указывают в протоколе в виде таблицы по форме, приведенной в приложении А.

Приложение А
(справочное)

Результаты измерений межплоскостных расстояний в кристалле и интенсивности рефлексов в дифракционной картине

А.1 Результаты измерений межплоскостных расстояний в кристалле и интенсивности рефлексов в дифракционной картине исследуемого кристалла оформляют в протоколе измерений по форме, приведенной в таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты измерений межплоскостных расстояний в кристалле и интенсивности рефлексов в дифракционной картине исследуемого кристалла

Номер дифракционного кольца, k	Межплоскостное расстояние ($d^{(k)} \pm \Delta d^{(k)}$), нм, при доверительной вероятности $P = 0,95$	Относительная погрешность измерения межплоскостного расстояния $\delta_d{}^{(k)}$, %	Интенсивность рефлексов ($I \pm \Delta I$), А, при доверительной вероятности $P = 0,95$ и числе регистраций, равном I	Относительная погрешность измерения интенсивности рефлексов $\delta_{\Delta I}$, %
1	2	3	4	5
1				
			...	...
2				
			...	...
...				
			...	...
Примечание — В конце таблицы следует привести определения используемых в таблице обозначений.				

А.2 В таблице А.1 в графе 1 указывают номера дифракционных колец k, пронумерованных по 11.2.1. В графе 2 приводят измеренные значения межплоскостных расстояний между кристаллографическими плоскостями, от которых сформировались соответствующие дифракционные кольца, с указанием доверительных границ суммарной погрешности измерения каждого межплоскостного расстояния. В графе 3 приводят вычисленные значения относительных погрешностей измерений межплоскостных расстояний в исследуемом кристалле.

В графе 4 должна быть приведена информация об интенсивности рефлексов, образующих дифракционную картину кристалла. Интенсивность рефлексов в каждой дифракционной картине указывают в определенном порядке, например, начиная с рефлекса с самым большим межплоскостным расстоянием и далее — до наименьшего расстояния. При обработке электронограмм кристалла с поликристаллической структурой указывают среднеарифметическое значение десяти измерений интенсивности в разных точках, равномерно распределенных по дифракционному кольцу. Измеренные значения интенсивности токовых рефлексов должны быть приведены с вычисленными для них доверительными границами погрешностей измерений.

В графе 5 для каждого значения интенсивности рефлекса указывают вычисленное значение относительной погрешности измерений.

Библиография

[1] РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[2] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей (утверждены приказом Минэнерго России от 13 января 2003 г. № 6; зарегистрированы Минюстом России 22 января 2003 г., рег. № 4145)

[3] «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные приказом Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н

[4] СанПиН 2.2.4.3359—16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на рабочих местах

[5] СанПиН 2.2.2/2.4.1340—03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы

[6] СП 2.6.1.2612—10 (ОСПОРБ—99/2010) Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности

УДК 531.711.7.089:006.354 ОКС 17.040.01 Т 86.1

Ключевые слова: нанокристаллы, тонкие пленки, межплоскостные расстояния в кристаллах, интенсивность токовых рефлексов, электронный дифрактометр, методика выполнения измерений

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 04.03.2019. Подписано в печать 11.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,49.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru