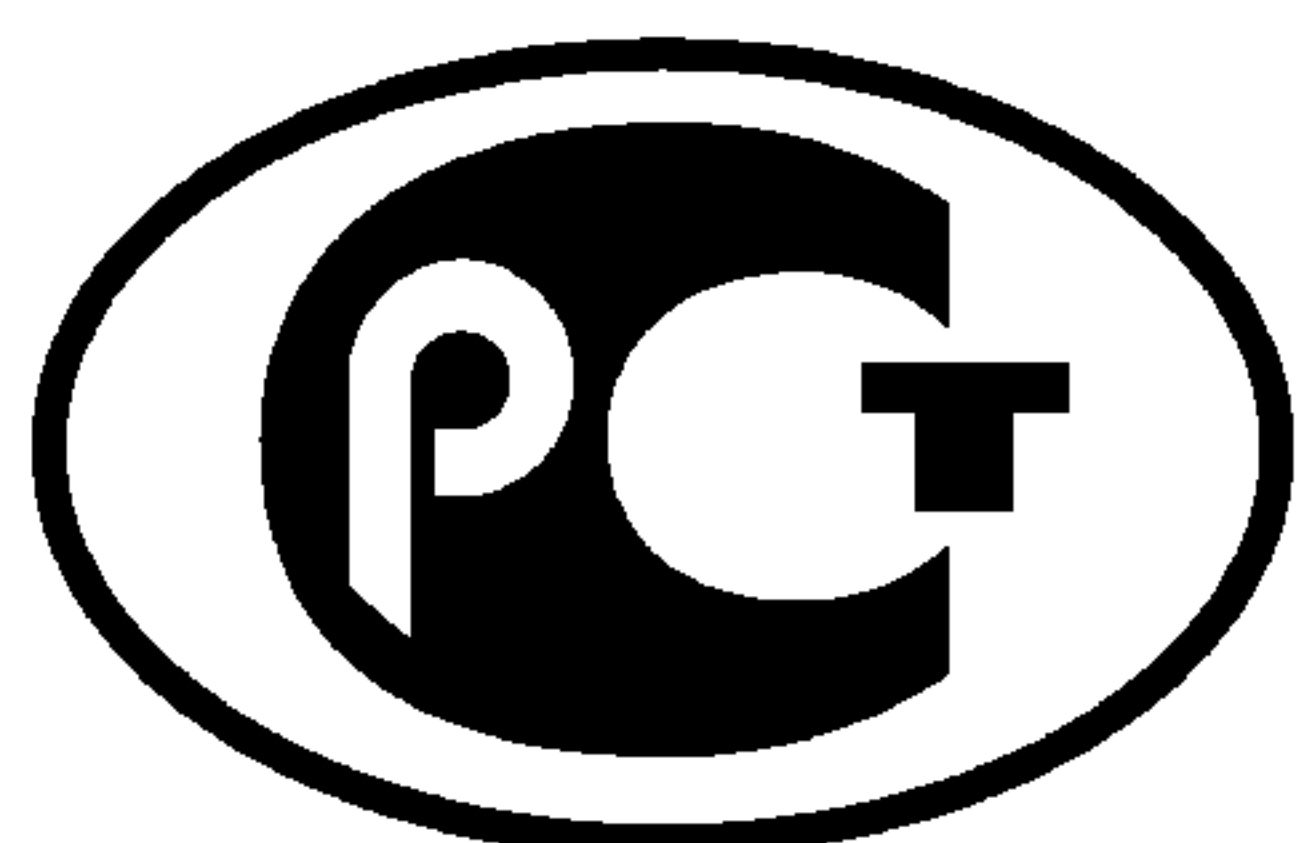

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



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

БЗ 2—2010/1091



Москва
Стандартинформ
2010

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

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

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом указателе «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

© Стандартинформ, 2010

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

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—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.045—84 Система стандартов безопасности труда. Электростатические поля. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля

П р и м е ч а н и е — 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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется 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.

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

П р и м е ч а н и е — 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.

П р и м е ч а н и е — 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.

П р и м е ч а н и е — 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.

П р и м е ч а н и е — 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.

П р и м е ч а н и е — 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 [1].

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

3.10 относительная погрешность измерения: Погрешность измерения, выраженная отношением абсолютной погрешности измерения к действительному или измеренному значению измеряемой величины [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.

П р и м е ч а н и е — 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

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

где x_i — результат i -го единичного измерения;

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

n — число единичных измерений в ряду [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 [1].

4 Требования к погрешности измерений

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

4.2 Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений интенсивностей токовых рефлексов должны быть не более $\pm 2\%$ 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 $\pm 3^\circ$ 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 рефлексy 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 центрально-симметричными 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 $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха $(60 \pm 15) \%$;
- атмосферное давление $(101 \pm 5) \text{ кПа}$;
- температура охлаждающей воды. $(15 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- напряжение питания в сети. $(220 \pm 11) \text{ В}$;
- частота питающей сети $(50 \pm 0,2) \text{ Гц}$.

10 Подготовка и проведение измерений

10.1 Подготовка 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 ($i = 1, 2, \dots, n$), 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 $l \geq 5$ раз для обеспечения заданной погрешности измерений.

10.3.6 Сохраняют в памяти электронно-вычислительного устройства все электрометрические электронограммы с порядковыми номерами i ($i = 1, 2, \dots, l$), полученные по 10.3.5. Каждая электронограмма 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 ($i = 1, 2, \dots, n$) 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 ($j = 1, 2, \dots, m$).

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

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

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

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

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 ($i = 1, 2, \dots, l$) 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

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

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

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

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

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

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

$$S_{\hat{B}_i} = \frac{1}{\sqrt{\sum_{j=1}^m \frac{1}{4r_{ij}^2 (S_{d_j}^{(st)})^2}}}, \quad (12.1)$$

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, мм;

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

$$\Delta I = 2,57 S_I, \quad (12.8)$$

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

П р и м е ч а н и е — 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

$$\delta_{\Delta I} = \frac{\Delta I}{I} 100, \quad (12.9)$$

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 наименования 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.

Т а б л и ц а 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 l	Относительная погрешность измерения интенсивности рефлексов $\delta_{\Delta I}$, %
1	2	3	4	5
1				
			...	...
2				
			...	...
...				
			...	...
П р и м е ч а н и е — 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—99 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения
- [2] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей (утверждены приказом Минэнерго России от 13.01.2003 г. № 6; зарегистрированы Минюстом России 22.01.2003 г., рег. № 4145)
- [3] ПОТ РМ-016—2001 Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок
РД 153.34.0—03.150—00
- [4] СанПиН 2.2.4.1191—03 Электромагнитные поля в производственных условиях
- [5] СанПиН 2.2.2/2.4.1340—03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы
- [6] СП 2.6.1.799—99 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности

УДК 531.711.7.089:006.354

ОКС 17.040.01

T86.1

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

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.03.2010. Подписано в печать 19.04.2010. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 199 экз. Зак. 316.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.