

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
– ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯ-
ТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТ-
РОЛОГИИ 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. Собина

2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ

Дифрактометры рентгеновские D8 ENDEAVOR
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 118-251-2020

Екатеринбург

2021

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским 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	8
ПРИЛОЖЕНИЕ А	9

Государственная система обеспечения единства измерений Дифрактометры рентгеновские D8 ENDEAVOR. Методика поверки	МП 118-251-2020
---	-----------------

Дата введения в действия «__» _____ 2021 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские D8 ENDEAVOR (далее – дифрактометры), изготовленные фирмой «BRUKER AXS GmbH», Германия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка дифрактометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость дифрактометра должна обеспечиваться 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 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

- 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»;

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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 руководством пользователя (далее – РП). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, дифрактометр бракуется и выполняются операции по п.13 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

- 4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
 - температура окружающей среды, °С от +18 до +28

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке дифрактометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РП 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 кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b)	Аттестованное значение параметра кристаллической решетки a 0,4759137 нм, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,0000080$ нм, аттестованное значение параметра кристаллической решетки c 1,299337 нм, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,000015$ нм
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки должны иметь действующий паспорт, средства измерений - поверены.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида дифрактометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений дифрактометра;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- 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 РП.

9.2 Стандартный образец, используемый при поверке, подготавливают согласно его паспорту; средства измерений, используемые при поверке, подготавливают согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) дифрактометра. Идентификационные наименования и номера версий ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Идентификационное наименование ПО	DIFRAC.Measurement center
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 7.0.0.0	не ниже 5.0.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка диапазона углов дифракции 2θ

11.1.1 Для проверки диапазона углов дифракции 2θ используют стандартный образец по п.6.

11.1.2 Стандартный образец помещают в пробозагрузчик, устанавливают диапазон съемки дифрактограммы по углу 2θ от 0 до 145° . Задают время экспозиции (0,1 с на шаг) и шаг ($0,02^\circ$) по углу 2θ в соответствии с рекомендациями производителя, указанными в РП. Проводят съемку дифрактограммы. При помощи ПО дифрактометра убеждаются в наличии сигнала в интервале от 0 до 145° .

11.2 Проверка абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов

11.2.1 Проводят съемку дифрактограммы стандартного образца по п.6 не менее трех раз. С помощью ПО дифрактометра на каждой дифрактограмме измеряют угловое положение ди-

фракционных максимумов, $2\theta_{ij}$, °, для кристаллографических плоскостей с индексами Миллера (0.1.2), (1.0.4), (1.0.10)¹.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки по п.11.1, если диапазон записанной дифрактограммы по углу 2θ соответствует диапазону от 0 до 145°.

12.2 Для проверки абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов рассчитывают значение углов дифракционных максимумов, $2\theta_i$, °, для i -ой кристаллографической плоскости в стандартном образце, согласно условию Вульфа-Брегга²

$$2\theta_i = \frac{180}{\pi} \cdot 2 \cdot \arcsin\left(\frac{m\lambda}{2d_i}\right), \quad (1)$$

где m – порядок дифракционного максимума (принимается равным 1);

λ – длина волны излучения рентгеновской трубки, с анодом из меди $\lambda=0,15406$ нм;

$\pi=3,14159$;

d_i – межплоскостное расстояние, нм, рассчитанное для i -ой кристаллографической плоскости по параметрам кристаллической решетки, указанным в паспорте стандартного образца³, по формуле

$$d_i = \frac{1}{\sqrt{\frac{4(h^2+hk+k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}}}, \quad (2)$$

где h, k, l – индексы Миллера i -ой кристаллографической плоскости: (0.1.2), (1.0.4), (1.0.10);

a, c – аттестованные значения параметров кристаллической решетки стандартного образца по п.6, нм. Рассчитывают значение абсолютной погрешности Δ_{ij} , °, при измерении угловых положений дифракционных максимумов по формуле

$$\Delta_{ij} = 2\theta_{ij} - 2\theta_i, \quad (3)$$

где $2\theta_{ij}$ – измеренное j -ое значение углового положения i -ого дифракционного максимума в стандартном образце, °.

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки, если значение абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов не превышает $\pm 0,02$ °.

¹ При использовании других аналогичных стандартных образцов допускается использование кристаллографических плоскостей с другими индексами Миллера.

² Рассчитанные значения угловых положений дифракционных максимумов для кристаллографических плоскостей ГСО 10475-2014 приведены в Приложении А настоящей методики поверки.

³ Приведенная формула (2) применима для расчета межплоскостного расстояния в ГСО 10475-2014, имеющем тригональную сингонию кристаллической решетки (оксид алюминия). При использовании других стандартных образцов необходимо использовать формулы, соответствующие сингонии материала применяемого стандартного образца.

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 нормативными 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»**



П.В. Мигаль

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Значения угловых положений дифракционных максимумов для кристаллографических плоскостей ГСО 10475-2014 при использовании анода из меди

Кристаллографическая плоскость (индексы Миллера hkl)			Угловое положение дифракционного максимума $2\theta_i, ^\circ$
h	k	l	
0	1	2	25,575
1	0	4	35,147
1	1	9	77,229
1	1	3	43,351
0	2	4	52,548
1	1	6	57,495
3	0	0	68,207
1	0	10	76,866
0	2	10	88,989
2	2	6	95,242
2	1	10	101,066
3	2	4	116,092
0	1	14	116,588
1	3	10	127,669
1	4	6	136,063
4	0	10	145,152