

**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



**Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»**

 **Е.П. Соби́на**

" 10 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские D8 ADVANCE
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 75-251-2021**

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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
- 3 СОГЛАСОВАНА директором 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

Дата введения в действия «__» _____ 2021 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские D8 ADVANCE (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 путем применения ГСО 10475-2014, аттестованные значения которого прослеживаются к единице международной системе единиц величин – метру, посредством применения стандартных образцов 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
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится

настройка дифрактометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). 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
- относительная влажность, % не более 80

5 Требования к квалификации поверителя

5.1 К проведению работ по поверке дифрактометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ 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 с РЭ.

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	
	DIFRAC.Measurement center	DIFRAC.EVA
Идентификационное наименование ПО		
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°. 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. Задают время экспозиции (0,1 с на шаг) и шаг (0,01°) по углу 2θ в соответствии с реко-

мендациями производителя, указанными в РЭ. С помощью ПО дифрактометра на каждой дифрактограмме измеряют угловое положение дифракционных 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 удовлетворяет требованиям таблицы 4.

Таблица 4 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон углов дифракции 2θ , °	от 0 до 145
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов, °	$\pm 0,02$

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 по-

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.

ложений 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, °.

Полученные значения абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки дифрактометр признают пригодным к применению 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 в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки, или действующими на момент поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится 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 31.07.2020 г. № 2510 или действующими на момент проведения поверки нормативными 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:

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



Е.В. Вострокнутова

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 $2\theta_i$, °
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