

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов

«25» // 2022 г.

«ГСИ. Дифрактометры рентгеновские ТД.

Методика поверки»

МП 046.Д4-22

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

«25» // 2022 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков

«25» // 2022 г.

Москва

2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Дифрактометры рентгеновские TD, модификаций TD-3700 и TDM-20 (далее – дифрактометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок. Дифрактометры предназначены для измерений интенсивности и углов дифракции рентгеновского излучения, рассеянного на кристаллическом объекте при решении задач рентгенофазового анализа.

1.2 По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость путем применения ГСО 10475-2014 (SRM 1976b), аттестованные значения которого прослеживаются к международной системе единиц величин – метру, посредством применения стандартных образцов SRM 660b, SRM 676a Национального института Стандартов и технологий (NIST), США. Поверка дифрактометров выполняется методом прямых измерений.

1.3 Метрологические характеристики дифрактометров приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение |
|---|-------------------|
| Диапазон измерения углов дифракции 2θ , ° | от 5,00 до 140,00 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности угловых положений дифракционных максимумов 2θ , ° | $\pm 0,02$ |

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2

Таблица 2 – Операции поверки

| Наименование операции поверки | Номер пункта настоящей методики | Проведение операций при | |
|--|---------------------------------|-------------------------|-----------------------|
| | | Первичной поверке | Периодической поверке |
| Внешний осмотр средства измерений | 6 | Да | Да |
| Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 7 | Да | Да |
| Проверка программного обеспечения средства измерений | 8 | Да | Да |
| Определение метрологических характеристик средства измерений | 9 | Да | Да |
| Определение диапазона измерения углов дифракции 2θ | 10.1 | Да | Да |
| Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности угловых положений дифракционных максимумов 2θ | 10.2 | Да | Да |
| Подтверждение соответствия средства измерения метрологическим требованиям | 11 | Да | Да |

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки дифрактометров следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 25;
- относительная влажность, % от 30 до 70;

- атмосферное давление, кПа

от 84 до 106

3.2 Допускаемый перепад температуры при проведении поверки – не более 2 °С.

3.3 Не допускается попадание на дифрактометр прямых солнечных лучей, влаги и пыли.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководства по эксплуатации (далее – РЭ) поверяемого дифрактометра и средств поверки, а также их правила хранения и применения, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н, и имеющих опыт работы с высокоточными средствами измерений в области дифрактометрии, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

| Операция поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|---|--|---|
| п. 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений | Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,2 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,13 кПа | Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», рег. № 32014-11 |
| п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений | Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки 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 | ГСО 10475-2014 (SRM 1976b) |
| Примечание – эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа, средства измерений – поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений. | | |

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Комплектность поверяемого дифрактометра должна соответствовать комплектности, приведенной в описании типа.

7.2 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей поверяемый дифрактометр;

- отсутствие на наружных поверхностях поверяемого дифрактометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

7.3 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения, а комплектность соответствует разделу «Комплектность» описания типа.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый дифрактометр к работе согласно РЭ.

8.2 Опробование дифрактометра включает в себя следующие операции:

- проверка выхода на рабочий режим.

8.3 Проверка выхода на рабочий режим дифрактометра проводится путем включения дифрактометра в соответствии с указаниями, приведенными в РЭ и прогрева в течении 30 минут.

8.3.1 Включить систему охлаждения (чилер). Для этого на задней его стороне перевести тумблер в положение «вверх» (Рисунок 1)



Рисунок 1 – Тумблер включения системы охлаждения

8.3.2 Включить дифрактометр, повернув ключ «POWER» на его лицевой стороне в положение «ON». Запустится процесс инициализации (Рисунок 2).




Рисунок 2 – Ключ включения дифрактометра

8.3.3 Запустить программное обеспечение TDXRD (Рисунок 3)



Рисунок 3 – Ярлык программного обеспечения

8.3.4 В главном меню программы нажать  «connect to instrument». Запустится процесс подключения дифрактометра к ПК (Рисунок 4).

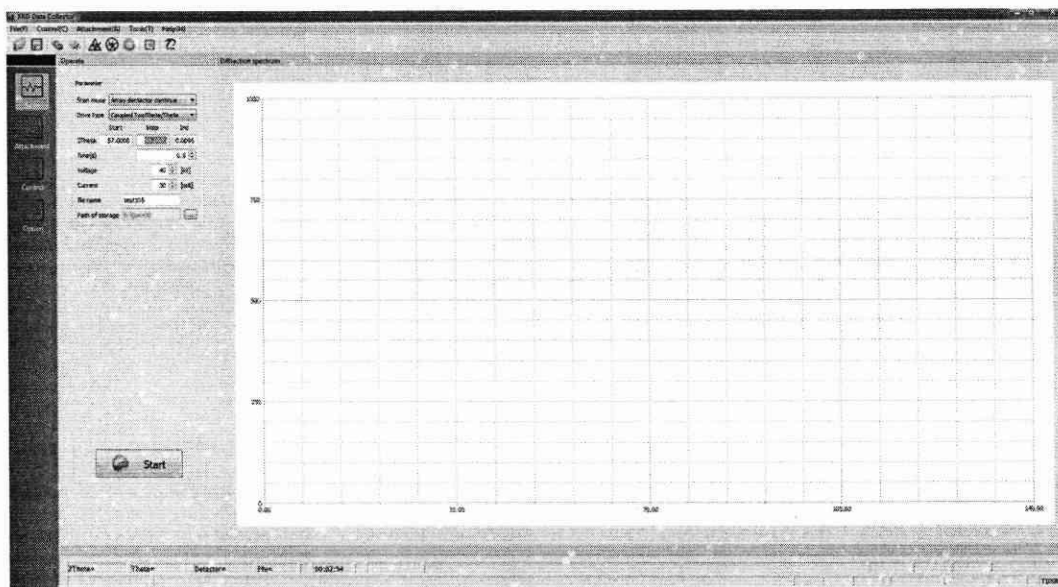



Рисунок 4 – Главное меню программы

8.3.5 Нажать  «goniometer reset». Дифрактометр установит гониометр в положение «0». Прибор готов к проведению поверки.

8.4 Дифрактометр считают прошедшим операцию поверки, если после прогрева отсутствуют ошибки инициализации.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие данных программного обеспечения (далее ПО) дифрактометра отраженном на мониторе персонального компьютера (далее ПК) из состава дифрактометра, данным таблицы 4. (в главном меню программы выбрать вкладку «Help», нажать «About»)

9.2 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|--|-------------------------------------|
| Идентификационное наименование ПО | X-Ray Diffractometer Data Collector |
| Номер (идентификационный номер) версии: для TD-3700 | 1.16.7 и выше |
| для TDM-20 | 1.16.4 и выше |
| Цифровой идентификатор ПО | - |

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка диапазона измерения углов дифракции 2θ

10.1.1 Произвести установку стандартного образца в держатель.

10.1.2 В главном меню программы в разделе «Scan/Parameter» произвести установку параметров в соответствии с данными из таблицы 5

Таблица 5 – Настройка параметров сканирования

| Наименование характеристики | Модификация TDM-20 | Модификация TD-3700 |
|---|------------------------|-------------------------|
| Режим сканирования (Scan mode) | Continue Scan | Array detector continue |
| Тип управления (Drive type) | Coupled TwoTheta/Theta | Coupled TwoTheta/Theta |
| Диапазон сканирования углов 2θ , ° | от 5,00 до 140,00 | от 5,00 до 140,00 |
| Время экспозиции Time(s), с | 0,1 | 0,1 |
| Шаг сканирования Inc | 0,0191 | 0,0191 |
| Напряжение Voltage, kV | 30 | 40 |
| Ток Current, mA | 20 | 20 |

10.1.3. Запустить процесс сканирования образца, нажав кнопку «START». Ход выполнения сканирования будет отображаться в нижней части главного окна программы. По завершению сканирования появится окно с надписью «Sample scan finished» (Рисунок 5).

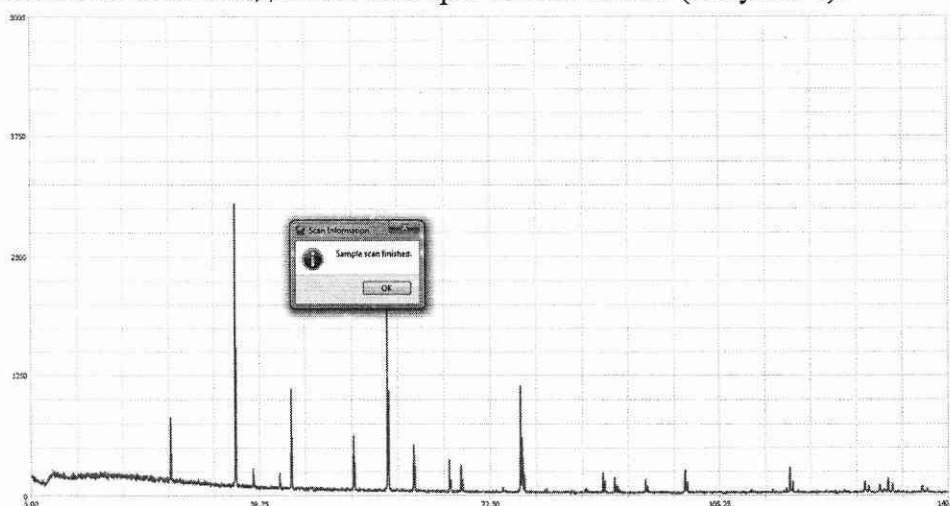


Рисунок 5 – Ход выполнения сканирования образца

10.1.4 Дифрактометр считается прошедшим данный этап поверки, если диапазон сканирования по углу 2θ соответствует интервалу от 5 до 140 град.

10.2 Определение пределов абсолютной погрешности угловых положений дифракционных максимумов 2θ

10.2.1 В главном меню программы в разделе «Scan/Parameter» произвести установку параметров сканирования по диапазонам в соответствии данными из таблицы 6

Таблица 6 - Настройка параметров сканирования для сканирования в заданном диапазоне

| Наименование характеристики | Модификация TDM-20 | Модификация TD-3700 |
|---|---|-------------------------|
| Режим сканирования (Scan mode) | Continue Scan | Array detector continue |
| Тип управления (Drive type) | Coupled TwoTheta/Theta | |
| Диапазон сканирования углов 2θ , ° | 34 – 36 (104) ¹⁾ 56 – 58 (116) ¹⁾ 100 – 102 (2.1.10) ¹⁾ 135 – 137 (146) ¹⁾ | |
| Время экспозиции Time(s), с | 0,5 | |
| Шаг сканирования Inc | 0,0191 | 0,0095 |
| Напряжение Voltage, kV | 30 | 40 |
| Ток Current, mA | 20 | 30 |

¹⁾ – Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, hkl). При использовании других аналогичных стандартных образцов допускается использование кристаллографических плоскостей с другими индексами Миллера

10.2.2 Запустить процесс сканирования образца, нажав кнопку «START».

10.2.3 По завершению сканирования, определить положение максимального дифракционного пика, указанное в правой нижней части окна в строке состояния ПО.

10.2.3 По завершению сканирования, определить положение максимального дифракционного пика, указанное в правой нижней части окна в строке состояния ПО.

10.2.4 Записать результат определения максимального угла дифракции 2θ , на каждом диапазоне сканирования углов 2θ .

10.2.5 Повторить действия п.п 10.2.2 - 10.2.4 не менее 3 раз.

10.2.6 Записать в протокол поверки значение углов дифракции 2θ и значение абсолютной погрешности угловых положений дифракционных максимумов 2θ .

10.2.7 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.1

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений углов дифракции 2θ .

11.1.1 Рассчитать значения углов дифракционных максимумов, $2\theta_i$, град., для i -ой кристаллической плоскости в стандартном образце, согласно уравнению 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 кристаллической 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 – индекс Миллера i -ой кристаллической плоскости: (104), (116), (2.1.10), (146);

a, c – аттестованные значения параметров кристаллической решетки стандартного образца.

11.1.2 Рассчитать среднее j -ое значение углового положения i -ого дифракционного максимума в стандартном образце по формуле

$$2\bar{\theta}_{ij} = \frac{\sum_{i=1}^n 2\theta_{ij}}{n}, \quad (3)$$

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

n – число измерений углового положения i -ого дифракционного максимума в стандартном образце

11.1.3 Рассчитать значение абсолютной погрешности Δ_{ij} , °, при измерении угловых положений дифракционных максимумов по формуле

$$\Delta_{ij} = 2\bar{\theta}_{ij} - 2\theta_i, \quad (4)$$

где $2\bar{\theta}_{ij}$ – среднее j -ое значение углового положения i -ого дифракционного максимума в стандартном образце, °;

$2\theta_i$ – паспортное значение углового положения i -ого дифракционного максимума в стандартном образце, °.

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

²⁾ – Рассчитанные значения угловых положений дифракционных максимумов для кристаллографических плоскостей ГСО 10475-2014 приведены в Приложении Б 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.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 Дифрактометры считаются прошедшими поверку с положительным результатом, если все операции поверки пройдены с положительным результатом и полученные значения метрологических характеристик удовлетворяют требованиям, а также соблюдены требования по защите средства измерений от несанкционированного вмешательства.

12.3 При положительных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

12.4 При отрицательных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

12.5 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4



А.В. Иванов

Начальник сектора отдела Д-4



Н.Ю. Грязских

Ведущий инженер-метролог отдела Д-4



А.А. Рочев

Инженер-технолог 2 категории отдела Д-4



Р.И. Лебедев



Приложение А
(Рекомендуемое)
Форма протокола поверки

Протокол
первичной (периодической) поверки № _____

Средство измерений: Дифрактометр рентгеновский TD
Регистрационный № _____
Заводской номер _____
Год выпуска _____
Владелец СИ _____
Место проведения поверки _____
Поверено в соответствии с МП 046.Д4-22 «ГСИ. Дифрактометры рентгеновские TD. Методика поверки»
С применением: Стандартных образцов и вспомогательных средств

Условия проведения поверки:
- температура окружающего воздуха, °C _____
- относительная влажность, % _____
- атмосферное давление, кПа _____

Проведение поверки:
1 Внешний осмотр средства измерений: _____
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений: _____
3 Проверка программного обеспечения средства измерений: _____
4 Определение метрологических характеристик

Таблица А1 – Результаты измерений диапазона измерения углов дифракции 2θ и пределов абсолютной погрешности угловых положений дифракционных максимумов 2θ

| Характеристика | Результат | Требования методики поверки |
|---|-----------|-----------------------------|
| Диапазон измерения углов дифракции 2θ , ° | | от 5,00 до 140,00 |
| Пределы абсолютной погрешности угловых положений дифракционных максимумов 2θ , ° | | Не превышает $\pm 0,02$ |

Рекомендации: _____

Поверитель _____

Приложение Б
(Обязательное)

Значения угловых положений дифракционных максимумов для кристаллографических плоскостей
ГСО 10475-2014

| Индекс Миллера, (h k l) | Значения угловых положений дифракционных максимумов $2\theta, ^\circ$ |
|-------------------------|---|
| (012) | 25,545 |
| (104) | 35,147 |
| (110) | 37,775 |
| (006) | 41,673 |
| (113) | 43,351 |
| (024) | 52,548 |
| (116) | 57,495 |
| (018) | 61,297 |
| (214) | 66,515 |
| (300) | 68,207 |
| (1.0.10) | 76,866 |
| (119) | 77,229 |
| (0.2.10) | 88,989 |
| (0.0.12) | 90,699 |
| (226) | 95,242 |
| (2.1.10) | 101,066 |
| (324) | 116,091 |
| (0.1.14) | 116,588 |
| (1.3.10) | 127,669 |
| (3.0.12) | 129,862 |
| (2.0.14) | 131,083 |
| (146) | 136,063 |
| (1.1.15) | 142,292 |
| (4.0.10) | 145,152 |
| (1.2.14) | 150,081 |
| (1.0.16) | 150,380 |
| (330) | 152,402 |