

ФГБУ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»
(ФГБУ «ВНИИМС»)

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ «ВНИИМС»



А.Е. Коломин

02 октября 2023 г.

**Государственная система обеспечения единства измерений
Дифрактометры рентгеновские DX**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 203-34-2023

Москва, 2023 г.

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские DX (далее по тексту – дифрактометры), изготавливаемые Dandong Haoyuan Instrument Co., Ltd, Китай и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.1 Дифрактометры не относятся к многоканальным измерительным системам, многопредельным и многодиапазонным средствам измерений, не состоят из нескольких автономных блоков и не предназначены для измерений (воспроизведения) нескольких величин. Поверка отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений не предусмотрена.

1.2 Дифрактометры до ввода в эксплуатацию, а также после ремонта подлежат первичной поверке, в процессе эксплуатации – периодической поверке.

1.3 Первичной поверке подвергается каждый экземпляр дифрактометра.

1.4 Периодической поверке подвергается каждый экземпляр дифрактометра, находящийся в эксплуатации, через установленный межповерочный интервал. Дифрактометр, введенный в эксплуатацию и находящаяся на длительном хранении (более одного межповерочного интервала), подвергается периодической поверке только после окончания хранения.

1.5 Обеспечение прослеживаемости поверяемого дифрактометра осуществляется посредством использования при поверке государственного стандартного образца утвержденного типа и с действующим сроком годности, с аттестованными значениями стандартного образца прослеживаемыми к единице международной системе СИ (метр) посредством использования стандартных образцов с установленной прослеживаемостью (Национальный институт стандартов и технологий, США) NIST SRM 660c и SRM 676a для калибровки дифрактометра при определении метрологических характеристик стандартного образца.

1.6 При определении метрологических характеристик поверяемого дифрактометра используется метод непосредственного сравнения результата измерений поверяемого дифрактометра с действительным значением параметра средства поверки.

1.7 Настоящая методика поверки применяется для поверки дифрактометров, используемых в качестве средств измерений.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические требования к средствам измерений

Наименование характеристики	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений	
	при применении в качестве средства измерений	при применении в качестве рабочего эталона
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ , °	$\pm 0,2$	-

2. Перечень операций поверки средства измерений

При проведении поверки дифрактометра должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Номера пунктов методики поверки	Проведение операции при:	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр	7	да	да
2	Подготовка к поверке и опробование	8	да	да
3	Проверка программного обеспечения средства измерений	9	да	да
4	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10	да	да
5	Определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ	10.1	да	да
6	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10.2	да	да

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1 Поверку следует проводить в нормальных условиях окружающей среды:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, не более, % 65.

3.2 Дифрактометр и другие средства поверки выдерживают не менее 1 часа при постоянной температуре, соответствующей нормальным условиям.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и с эксплуатационной документацией на дифрактометр и средства поверки и работающие в организации, аккредитованной на право проведения поверки средств измерений.

4.2 Поверители обязаны иметь соответствующую подготовку, а также обязаны знать требования эксплуатационной документации и настоящей методики поверки.

4.3 Для проведения поверки дифрактометра достаточно одного поверителя.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8.1	Средство измерений температуры окружающей среды: диапазон измерений от +15 до +25 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 °С Средство измерений относительной влажности воздуха: диапазон измерений до 65 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±3 %	Прибор комбинированный Testo 608-N1 (рег. № 53505-13)
10.1	Аттестованные значения параметров кристаллической решетки, нм $a=0,4759092$ ($U=0,000008$, $k=2$), $c=1,299337$ ($U=0000,15$, $k=2$)	ГСО 11420-2019 Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976)
Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При выполнении поверочных работ должны быть выполнены требования промышленной безопасности, регламентированные на предприятии в соответствии с действующим законодательством.

7. Внешний осмотр

Осмотр внешнего вида дифрактометра осуществляется визуально.

7.1 При внешнем осмотре проверяют соответствие внешнего вида дифрактометра эксплуатационной документации, комплектности, маркировки.

7.2 Проверяют отсутствие механических повреждений дифрактометра, влияющих на его работоспособность, а также целостность кабелей связи и электрического питания.

7.3 Дифрактометр считается прошедшим данный этап поверки, если установлено полное соответствие конструктивного исполнения, комплектности и маркировки его эксплуатационной документации, а также отсутствуют механические повреждения дифрактометра, кабелей связи и электрического питания.

8. Подготовка к поверке и опробование

8.1 Перед проведением поверки и в процессе выполнения операций поверки проверяют и контролируют соответствие условий поверки требованиям, приведённым в п. 3 настоящей методики поверки.

8.2 Перед проведением поверки рекомендуется выполнить следующие подготовительные операции:

- ознакомиться с руководством по эксплуатации поверяемого дифрактометра;

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- выдержать дифрактометр во включенном состоянии не менее 30 минут.

8.3 Перед опробованием должны быть проведены подготовительные работы согласно эксплуатационной документации.

При опробовании проверяется работоспособность в соответствии с требованиями его эксплуатационной документации.

Дифрактометр считается прошедшим данный этап поверки, если установлено, что он функционирует в соответствии с эксплуатационной документацией.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

Идентификацию программного обеспечения (ПО) проводят по следующей методике:

- проверить наименование программного обеспечения и его версию.

Дифрактометр считается поверенным в части программного обеспечения, если наименование ПО - DX-XRD и версия не ниже 1.3.0 или наименование ПО – JADE и версия не ниже 6.5.

10. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ

10.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов производится с использованием ГСО 11420-2019 (ГСО).

10.1.2 Произвести подготовку поверяемого дифрактометра согласно его эксплуатационной документации. Расположить и закрепить ГСО в камере дифрактометра согласно его эксплуатационной документации. Вывести генератор в режим 40кВ/12мА (для DX27mini) или 40кВ/30мА (для DX2700BH). Установить: щель расхождения DS: 1,0 мм; противорассеивающую щель SS: 1,0 мм; принимающую щель: RS 0,3 мм. Установить K_{β} фильтр (Cu — никелевый фильтр) фильтр не требуется если установлен монохроматор.

10.1.3 Произвести съемку 4-х дифрактограмм для определения угловых положений дифракционных максимумов, $2\theta_{ij}$, °, для кристаллографических плоскостей с индексами Миллера (0.1.2), (1.0.4), (0.2.10), (1.3.10). Параметры съемки указаны в таблице 4.

Таблица 4 – Параметры съемки для рентгеновской трубки с анодом Cu

Индексы Миллера (hkl)	Диапазон сканирования 2θ , °	Шаг сканирования, 2θ , °	Время на шаг, с
0.1.2	24,7 — 26,2	0,01	5
1.0.4	34,1 — 36,0	0,01	5
0.2.10	88,3 — 89,7	0,02	15
1.3.10	126,7 — 129,0	0,02	15

10.1.4 Для определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов рассчитать значение углов дифракционных максимумов, $2\theta_i$, °, для i-ой кристаллографической плоскости в стандартном образце, согласно условию Вульфа-Брегга (При использовании других аналогичных ГСО допускается использование кристаллографических плоскостей с другими индексами Миллера. Рассчитанные значения угловых положений дифракционных максимумов для кристаллографических плоскостей ГСО 11420-2019 приведены в Приложении 1 настоящей методики поверки).

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

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, рассчитываемое для i -ой кристаллографической плоскости по параметрам кристаллической решетки, указанным в паспорте стандартного образца, 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), (0.2.10), (1.3.10);

a, c - аттестованные значения параметров кристаллической решетки ГСО, указанные в паспорте на ГСО.

10.1.5 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов для каждой кристаллографической плоскости по формуле:

$$\Delta_i = 2\theta_j - 2\theta_i, \quad (3)$$

где $2\theta_j$ — измеренное значение углового положения i -ого дифракционного максимума в стандартном образце, °.

10.1.6 Результаты поверки в части определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов не выходят за пределы $\pm 0,2^\circ$.

10.2 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.2.1 Дифрактометр считается прошедшим поверку, если по пунктам 7-10.1 соответствует перечисленным требованиям, а полученные результаты определения погрешности измерений не выходят за указанные пределы.

10.2.2 В случае подтверждения соответствия дифрактометра метрологическим требованиям, результаты поверки считаются положительными и его признают пригодным к применению.

10.2.3 В случае, если соответствие дифрактометра метрологическим требованиям не подтверждено, то результаты поверки считаются отрицательными и дифрактометр признают непригодным к применению.

11. Оформление результатов поверки

11.1 Сведения о результатах поверки (как положительные, так и отрицательные) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФ).

11.2 При положительных результатах поверки, дополнительно по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений на бумажном носителе. Знак поверки в виде оттиска клейма и (или) наклейки наносится на свидетельство о поверке.

11.3 При отрицательных результатах поверки дополнительно по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности на бумажном носителе.

Зам. начальника отдела 203
ФГБУ «ВНИИМС»

М.Л. Бабаджанова

Начальник лаборатории 203/5
ФГБУ «ВНИИМС»

Д.А. Карабанов

**Положений дифракционных максимумов для кристаллографических плоскостей
ГСО 11420-2019**

Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, hkl)	Положение пика 2θ , °
0.1.2	25,575
1.0.4	35,148
0.2.10	88,989
1.3.10	127,670