

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»**

(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

Согласовано

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



Е.П. Собина

2023 г.

«ГСИ. Дифрактометры рентгеновские ЕММА.

Методика поверки»

МП 39-251-2023

Екатеринбург

2023

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 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Е.В. Вострокнудова.

3. **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2023 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 ..	6
8	ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	6
9	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	6
10	ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ	6
11	ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	7
12	ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	7
13	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	9

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские ЕММА (далее – дифрактометры), выпускаемые фирмой «GBC Scientific Equipment Pty Ltd.», Австралия. Дифрактометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка дифрактометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость обеспечивается путем применения стандартного образца, аттестованные значения которого прослеживаются к единице международной системе единиц (СИ) – метру, посредством применения стандартных образцов SRM 660с и SRM 676а Национального института стандартов и технологий (NIST), США.

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки дифрактометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений углов дифракции 2θ , °	от 0 до 160
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ , °	$\pm 0,05$

2 Нормативные ссылки

2.1 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 Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки дифрактометров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае, невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, дифрактометр признают непригодным к применению.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от +15 до +25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке дифрактометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на дифрактометры и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	- Средство измерений температуры и относительной влажности: диапазон измерений температуры от +15 °C до +25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °C, диапазон измерений относительной влажности до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 3,0$ %;	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. №22129-09
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	- Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976с), аттестованное значение параметра кристаллической решетки a 0,4759092 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 11420-2019

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа и поверены, стандартные образцы должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых дифрактометров с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ 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 сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений дифрактометров;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Контроль условий поверки

9.1.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3. Результаты измерений температуры окружающей среды и относительной влажности должны соответствовать условиям п. 4 настоящей методики поверки.

9.2 Подготовка дифрактометра

9.2.1 Дифрактометр готовят в соответствии с РЭ. При необходимости перед проведением поверки должна быть проведена настройка дифрактометра в соответствии с РЭ.

9.3 Опробование

9.3.1 При опробовании проводят проверку работоспособности органов управления и регулировки дифрактометра в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) дифрактометра. При запуске ПО (Visual XRD, XRD TRACES) на небольшом начальном экране выводится наименование и номер версии ПО.

ПО дифрактометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Visual XRD	XRD TRACES
Идентификационное наименование ПО	Visual XRD	XRD TRACES
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.036	не ниже 6.7.27
Цифровой идентификатор ПО	-	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка диапазона измерений углов дифракции 2θ

Для проверки диапазона углов дифракции 2θ используют стандартный образец по п. 6.1 настоящей методики поверки.

Стандартный образец помещают в кювету для образцов (стандартный образец должен быть вровень с краями кюветы), устанавливают диапазон съемки дифрактограммы по углу 2θ от 0 до 160° . Задают шаг сканирования $0,02^\circ$ по углу 2θ , скорость сканирования $6^\circ/\text{мин}$. При помощи ПО проводят съемку дифрактограммы. Диапазон записанной дифрактограммы по углу 2θ должен соответствовать диапазону от 0 до 160° .

11.2 Проверка абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ

Для проверки абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ используют стандартный образец по п. 6.1 настоящей методики поверки.

Стандартный образец помещают в кювету для образцов (стандартный образец должен быть вровень с краями кюветы), устанавливают диапазон съемки дифрактограммы по углу 2θ от 0 до 60° . Задают шаг сканирования $0,02^\circ$ по углу 2θ , скорость сканирования $6^\circ/\text{мин}$. Проводят съемку дифрактограммы стандартного образца не менее трех раз.

С помощью ПО дифрактометра на каждой дифрактограмме измеряют угловые положения дифракционных максимумов ($2\theta_{ij}$, $^\circ$) для отражающих атомных плоскостей с индексами Миллера (1.0.4), (1.1.3), (1.1.6)¹.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают значение углового положения дифракционного максимума 2θ для i -ой отражающей атомной плоскости в стандартном образце согласно условию Вульфа-Брегга²

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

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

λ – длина волны излучения рентгеновской трубки, нм (с анодом из меди $\lambda=0,154059$ нм, с анодом из кобальта $\lambda=0,178900$ нм, с анодом из хрома $\lambda=0,228973$ нм, с анодом из железа $\lambda=0,193604$ нм);

$\pi=3,14159$;

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

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

¹ При использовании других аналогичных стандартных образцов допускается использование отражающих атомных плоскостей с другими индексами Миллера; рекомендуется выбирать на дифрактограмме самые высокие угловые положения дифракционных максимумов 2θ для отражающих атомных плоскостей с индексами Миллера.

² Рассчитанные значения угловых положений дифракционных максимумов для отражающих атомных плоскостей ГСО 11420-2019 приведены в Приложении А настоящей методики поверки.

³ Приведенная формула (2) применима для расчета межплоскостного расстояния в ГСО 11420-2019, имеющим тригональную сингонию кристаллической решетки (оксид алюминия). При использовании других стандартных образцов необходимо использовать формулы, соответствующие сингонии материала применяемого стандартного образца.

где h, k, l – индексы Миллера i -ой кристаллографической плоскости: (1.0.4), (1.1.3), (1.1.6);
 a, c – аттестованные значения параметров кристаллической решетки стандартного образца, нм.

12.2 Рассчитывают значения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ для i -ой отражающей атомной плоскости для каждого j -го результата измерения угловых положений дифракционных максимумов 2θ по формуле

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

где $2\theta_{ij}$ – j -ый результат измерения углового положения дифракционного максимума 2θ для i -ой отражающей атомной плоскости, °;

$j = 1, \dots, n$ – количество измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ ;

$2\theta_{COi}$ – значение углового положения дифракционного максимума 2θ для i -ой отражающей атомной плоскости, рассчитанное по формуле (1), °.

12.5 Полученные значения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на дифрактометры не предусмотрено. Пломбирование дифрактометров не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки дифрактометр признают непригодным к применению.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

13.6 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

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



Вострокнутова Е.В.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

Значения угловых положений дифракционных максимумов 2θ для отражающих атомных плоскостей ГСО 11420-2019

Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, hkl)			Угловое положение дифракционного максимума $2\theta_i, ^\circ$			
			$\lambda=0,15406$ нм	$\lambda=0,17890$ нм	$\lambda=0,22862$ нм	$\lambda=0,19353$ нм
h	k	l	анод из меди	анод из кобальта	анод из хрома	анод из железа
0	1	2	25,575	29,787	38,412	32,299
1	0	4	35,147	41,050	53,327	44,597
1	1	0	37,776	44,161	57,518	48,009
0	0	6	41,673	48,794	63,831	53,104
1	1	3	43,352	50,797	66,591	55,312
0	2	4	52,549	61,867	82,283	67,600
1	1	6	57,495	67,905	91,258	74,372
0	1	8	61,297	72,593	98,515	79,676
2	1	4	66,515	79,112	109,190	87,129
3	0	0	68,207	81,249	112,886	89,597
1	0	10	76,866	92,411	134,995	102,733
1	1	9	77,229	92,889	136,110	103,306
0	2	10	88,989	108,947	-	123,463
0	0	12	90,699	111,403	-	126,764
2	2	6	95,243	118,146	-	136,351
2	1	10	101,066	127,396	-	151,931
3	2	4	116,093	160,319	-	-
0	1	14	116,588	162,180	-	-
1	3	10	127,669	-	-	-
3	0	12	129,862	-	-	-
2	0	14	131,083	-	-	-
1	4	6	136,065	-	-	-
1	1	15	142,292	-	-	-
4	0	10	145,154	-	-	-
1	2	14	150,081	-	-	-
1	0	16	150,379	-	-	-
3	3	0	152,405	-	-	-