



НИЦПВ

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

« 04 » декабря 2023 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские
XD-2**

**Методика поверки
МП ДИ23-29/02.08**

Москва
2023

СОДЕРЖАНИЕ

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки	3
3. Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	3
4. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки.....	4
5. Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	5
6. Требования к условиям проведения поверки.....	5
7. Внешний осмотр дифрактометра.....	5
8. Подготовка к поверке и опробование дифрактометра.....	5
9. Проверка программного обеспечения	5
10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	6
11. Оформление результатов поверки.....	7

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские XD-2 (далее - дифрактометры), изготовленные фирмой Beijing Purkinje General Instrument Co., Ltd., Китай и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Дифрактометры предназначены для измерений углов дифракции и последующего анализа углового распределения интенсивности рентгеновских лучей, рассеянных на поликристаллических объектах при решении задач рентгеноструктурного и рентгенофазового анализа материалов в виде порошков, пленок, твердых образцов и гелей.

1.3 При проведении поверки измеряемые дифрактометрами значения величин прослеживаются через изготовителя ГСО 10475-2014 (SRM 1976b) National Institute of Standards and Technology, США, к единицам международной системы единиц (СИ).

1.4 Поверка дифрактометров проводится методом непосредственного сличения с ГСО 10475-2014.

2 Перечень операций поверки

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции, выполняемые при проведении поверки.

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр дифрактометра	7	Да	Да
2. Подготовка к поверке и опробование дифрактометра.	8	Да	Да
3. Проверка программного обеспечения дифрактометра	9	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10		
4.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ	10.1	Да	Да
4.2 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10.2	Да	Да

2.2 Операции поверки проводятся юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в установленном порядке.

2.3 Проведение поверки не в полном объеме, для меньшего числа поддиапазонов измерений и для меньшего числа измеряемых величин не предусмотрено.

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки и вспомогательное оборудование, указанные в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.п. 10.1-10.2	Средство измерений с параметрами кристаллической решетки: а=0,4759137 нм, расширенная неопределенность U=0,0000080 нм, с=1,299337 нм, расширенная неопределенность U=0,000015 нм.	СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 (SRM 1976b) – далее ПО-1
п.6	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 °С до +25 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ °С. Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %.	Прибор комбинированный Testo 622, рег. №53505-13

Таблица 3 – Вспомогательное оборудование, используемое при поверке

Обозначение вспомогательного оборудования в данной методике поверки	Наименование и тип вспомогательного оборудования;	Основные технические характеристики вспомогательного оборудования.	Номер пункта по методике поверки
ВО-1	Держатель стандартного образца ГСО 10475-2014	Держатель стандартного образца должен иметь диаметр посадочного отверстия (25,7 $\pm$ 0,5) мм и обеспечивать возможность фиксации рабочей плоскости стандартного образца на одном уровне с верхней плоскостью ВО-1.	10.1

3.2 Допускается применение других средств поверки и вспомогательного оборудования с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого дифрактометра с требуемой точностью.

4 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80 «Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности».

4.2 Должны соблюдаться «Правила устройства электроустановок», утвержденные приказом Минэнерго РФ от 08.07.2002г., и «Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений» ОСП-72/87, «Нормы радиационной безопасности» НРБ-99/2009.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы рентгеновской дифрактометрии;
- изучившие Руководство по эксплуатации и Методику поверки поверяемого дифрактометра.

6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +10 до + 28
- относительная влажность воздуха, % не более.....70

7 Внешний осмотр дифрактометра

7.1 При внешнем осмотре должны быть установлены:

- надёжность крепления соединительных элементов;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики дифрактометра;
- исправность органов управления;
- соответствие внешнего вида дифрактометра сведениям, приведенным в описании типа;
- четкость обозначений и маркировки;
- наличие и исправность заземления.

7.2 Результаты внешнего осмотра дифрактометра считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1

8 Подготовка к поверке и опробование дифрактометра

8.1 Подготовка дифрактометра к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2 Перед проведением поверки дифрактометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 60 минут.

8.3 В соответствии с руководством по эксплуатации провести юстировку всех оптических компонентов, стандартной приставки, детектора.

8.4 В соответствии с руководством по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющим ПК и дифрактометром.

8.5 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы напряжений на рентгеновской трубке в диапазоне от 15 кВ до 40 кВ, токов рентгеновской трубки в диапазоне от 6 мА до 40 мА.

8.6 Убедиться в возможности сканирования по углу 2θ в диапазоне от $+2^\circ$ до $+140^\circ$.

8.7 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки по п. 8 с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.8.1-8.6.

9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для идентификации программного обеспечения дифрактометра необходимо:

- включить прибор;

- запустить рабочую программу дифрактометра согласно руководству по эксплуатации;
- открыть меню Help(H), активировать подменю About the Software(A);
- считать название программного обеспечения и номер версии.

Прибор считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Diffraction control and data acquisition system
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.00 и выше
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ

10.1.1 Используя держатель стандартного образца ВО-1, установить поверочный образец ПО-1 (ГСО 10475-2014).

10.1.2 Установить следующую конфигурацию дифрактометра:

- щели Соллера на стороне первичного и дифрагированного пучков $2,5^\circ$
- щель источника DS 1°
- приемная щель 0,3 мм
- щель детектора SS 1°
- никелевый фильтр

10.1.3 Установить параметры:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 40 мА.
- оси сканирования: $\theta/2\theta$
- шаг сканирования по шкале 2θ : $0,01^\circ$;
- скорость сканирования: $20^\circ/\text{мин}$

10.1.4 Провести сканирование по углу 2θ в диапазоне от $+2^\circ$ до $+140^\circ$. Убедиться в наличии отличного от нуля сигнала дифракции во всем диапазоне сканирования.

10.1.5 Установить параметры сканирования:

- шаг сканирования по шкале 2θ : $0,01^\circ$;
- скорость сканирования: $1^\circ/\text{мин}$

10.1.6 Установить интервалы сканирования (в градусах) в зависимости от материала анода рентгеновской трубки в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 – Интервалы сканирования (в градусах) в зависимости от материала анода используемой рентгеновской трубки

Cu	Mo	Co	Fe	Cr
от 24,5 до 26,5	от 10,7 до 12,7	от 28,8 до 30,8	от 31,3 до 33,3	от 37,4 до 39,4
от 34,1 до 36,1	от 15 до 17	от 40 до 42	от 43,6 до 45,6	от 52,3 до 54,3
от 88 до 90	от 36,7 до 38,7	от 108 до 110	от 122,5 до 124,5	от 90,3 до 92,3
от 126,7 до 129	от 47,8 до 49,8			-

10.1.7 Провести сканирование в интервалах сканирования по п.10.1.6 и определить угловые положения максимумов рефлексов по углу 2θ для индексов отражения (012), (104), (116), (0.2.10), (1.3.10), паспортные значения которых указаны в таблице 6.

10.1.8 Провести пятикратные измерения по п.п. 10.1.7 и определить средние значения $2\theta(hkl)_{изм}$ (в градусах) угловых положений максимумов рефлексов для индексов отражения (hkl): (012), (104), (116), (0.2.10), (1.3.10).

10.1.9 Определить для каждого индекса отражения отклонение средних измеренных значений $2\theta(hkl)_{изм}$ от паспортных $2\theta(hkl)_{пасп}$, указанных в таблице 6, по формуле:

$$\Delta(hkl) = 2\theta(hkl)_{изм} - 2\theta(hkl)_{пасп} \quad (1)$$

Таблица 6 - Паспортные значения угловых положений максимумов рефлексов для стандартного образца ГСО 10475-2014 ($K_{\alpha 1}$ линия излучения) и различных материалов анода рентгеновской трубки

Индекс отражения (hkl)	Паспортное значение $2\theta(hkl)_{пасп}$ углового положения пика 2θ , °				
	Cu	Mo	Co	Fe	Cr
012	25,575	11,698	29,787	32,300	38,412
104	35,147	15,982	41,050	44,598	53,327
116	-	-	-	-	91,258
0.2.10	88,989	37,650	108,948	123,467	-
1.3.10	127,669	48,817	-	-	-

10.1.10 Определить пределы абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ по формуле:

$$\Delta(2\theta) = \pm \max\{|\Delta(012)|, |\Delta(104)|, |\Delta(116)|, |\Delta(0.2.10)|, |\Delta(1.3.10)|\} \quad (2)$$

10.2 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.2.1 Результаты проверки диапазона измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ считать положительными, если выполнены требования п.10.1.4. При этом диапазоном измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ следует считать диапазон от $+2^\circ$ до $+140^\circ$.

10.2.2 Результаты определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ считать положительными, если значения $\Delta(2\theta)$, определенные по формуле (2), находятся внутри интервала $\pm 0,05^\circ$.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.10.1 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.2 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится в виде оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке дифрактометра.

11.3 При отрицательных результатах поверки дифрактометр запрещают к применению. Извещение о непригодности, оформленное в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений, выдают по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Сведения о результатах поверки (положительных или отрицательных) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальника отдела АО «НИЦПВ»,
кандидат физ.-мат. наук



В.Б. Митюхляев