

УТВЕРЖДАЮ  
Заместитель директора  
по производству  
ФГУП «ВНИИОФИ»



Р.А. Родин  
«18» сентября 2018г

Государственная система обеспечения единства измерений

### Дифрактометры рентгеновские Ultima IV

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 001.Д4-17

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода  
«18» сентября 2018г

Москва  
2018 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские Ultima IV (далее по тексту - дифрактометры), предназначенные для изучения фазового качественного, количественного состава материала, определения параметров и индексов решетки, определения степени кристалличности, определения микронапряжений, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

## 2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта методики поверки	проведение операции при	
			вводе в эксплуатацию и после ремонта	эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона измерений углов и абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов	8.4.1	Да	Да

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

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

## 3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1	Государственный стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) SRM 1976b (ГСО 10475-2014) Основные метрологические характеристики: - параметры кристаллической решетки : - «а»: аттестованное значение - 0,4759137 нм, расширенная неопределенность (к=2) – 0,000008 - «с»: аттестованное значение - 1,299337 нм, расширенная неопределенность (к=2) – 0,000015 - Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, hkl): (012), (113), (024), (116), (300), (1.0.10) & (119), (0.2.10), (226), (2.1.10), (324) & (0.1.14), (1.3.10), (146), (4.0.10)

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого дифрактометра с требуемой точностью.

#### 4 Требования безопасности

4.1 Дифрактометры должны устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-10, ГОСТ 12.1.040-83. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

4.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

4.3 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.

#### 5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации дифрактометров;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н;
- прошедшие обучение по требуемому виду измерений.

## 6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от 15 до 35
- относительная влажность воздуха, %, .....от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа.....от 94 до 106

6.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать посторонние источники излучения, мощные постоянные и переменные электрические и магнитные поля, но также должны быть исключены факторы появления пыли, интенсивных воздушных потоков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

## 7 Подготовка к поверке

7.1 Установить дифрактометр вдали от приборов, генерирующих сильные магнитные и высокочастотные поля.

7.2 Подготовку, включение и прогрев рентгеновской трубки дифрактометра при поверке производят в соответствии с его Руководством по эксплуатации.

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром дифрактометра должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер дифрактометра;
- соответствие комплектности требованиям документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;
- отсутствие на наружных поверхностях дифрактометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

8.1.2 Дифрактометры считаются прошедшими внешний осмотр, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

### 8.2 Опробование

8.2.1 Опробование производится путем снятия дифрактограммы образца дифракционных свойств кристаллической решетки NIST SRM 640d, поставляемого в комплекте с дифрактометром.

8.2.2 Измерение проводится для трех диапазонов углов  $2\theta$ : от  $46,300^\circ$  до  $48,2400^\circ$ , от  $93,5400^\circ$  до  $96,4680^\circ$  и от  $126,000^\circ$  до  $129,820^\circ$ . Для этого используется конфигурация оборудования дифрактометра указанная в таблице 3.

Таблица 3

	Оборудование	Конфигурация оборудования
1	Источник рентгеновского излучения (трубка)	Материал анода трубки – медь, Фокусировка – линейный фокус.
2	Щель Соллера	Стандартная щель Соллера $5,0^\circ$ (падающий и дифрагированный пучок)
3	Держатель образцов	Стандартный держатель образцов
4	Тип щели	Моторизованная щель для метода Брегг-Брентано [285mm]
5	Конфигурация рентгеновской оптики	Метод Брегг-Брентано
6	Монохроматор дифрагированного пучка	Не используется

7	Ni-Kb фильтр	Не используется
8	Образец	NIST SRM 640d помещённый в стандартную кювету для образцов 0,5 мм.

В программе Standart Measurement устанавливаем параметры, указанные в таблице 4:  
Таблица 4

	Параметр	Значение
1	Напряжение и ток рентгеновской трубки	40 кВ., 40 мА.
2	Оси сканирования	2 Theta/ Theta
3	Метод измерения сигнала	Фиксированное время
4	Размерность единиц	Единицы счёта (counts)
5	Щель расхождения падающего пучка	1/2 градуса
6	Щель высоты падающего пучка	10 мм.
7	Щель дифрагированного пучка	1/2 градуса
8	Приемная щель детектора	0.30 мм.
9	Угол оффсета	0

8.2.3 Дифрактометры считаются прошедшими опробование если отклонение от углов: 47,300°, 94,946°, 127,532°, составляет не более  $\pm 0,030^\circ$  при использовании стандартного образца NIST SRM640d.

### 8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.3.4 Дифрактометры признаются прошедшими операцию поверки, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «высокий» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 5

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Integral Intensity Calculation	Standard Measurement
Идентификационное наименование ПО		
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	5.0	1.2
Цифровой идентификатор ПО	-	-

### 8.4 Определение метрологических характеристик

#### 8.4.1 Определение диапазона измерений углов и абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов

8.4.1.1 Проверка диапазона измерений углов совмещается с процедурой определения углов и пределов допускаемой абсолютной погрешности при измерении

угловых положений дифракционных максимумом государственного стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решетки (ГСО 10475-2014) SRM 1976b, для четырех атомных плоскостей индексы Миллера которых, hkl: (012), (214), (0.1.14), (330).

8.4.1.2 Определить паспортное значение углов дифракции  $2\theta_n$  (°) согласно условию Вульфа-Брегга (1):

$$2\theta_n = 2 \cdot \arcsin\left(\frac{m\lambda}{2d}\right) \quad (1)$$

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

$\lambda$  – длина волны излучения рентгеновской трубки проверяемой установки.

d - межплоскостное расстояние, нм, рассчитывается по параметрам указанным в паспорте на ГСО (2):

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

где h, k, l – индексы Миллера;

a, c - аттестованные значения параметров кристаллической решетки.

8.4.1.3 Измерение проводится для шести диапазонов углов, которые подбираются исходя из условия уверенного определения дифракционного пика в заданном угловом диапазоне при условии не менее чем пятикратного превышении уровня сигнала максимума дифракционного пика над фоновым сигналом. Для этого в программе Standard Measurement устанавливаем указанные в таблице 6 параметры:

Таблица 6

plane	start angle	stop angle	sampling width	scan speed	kV	mA	DivSlit	DivHL Slit mm	Sct.Slit	Rec.Slit
012	25	26.26	0.01	0.5	40	40	open	10	2 deg	0.15 mm
116	56.8	58.1	0.01	0.8	40	40	open	10	2 deg	0.15 mm
0114	115.8	117.22	0.02	0.8	40	40	open	10	2 deg	0.15 mm
330	150	152.6	0.02	0.05	40	40	open	10	2 deg	0.15 mm

Провести пятикратные измерения каждого диапазона и рассчитать среднее арифметическое угловых положений дифракционных максимумом  $\overline{2\theta_i}$ .

8.4.1.4 Рассчитать значение абсолютной погрешности каждой серии измерений углов дифракции  $2\theta$  по формуле (3), и выбрать наибольшее значение:

$$\Delta = \overline{2\theta_i} - 2\theta_n \quad (3)$$

8.4.1.5 Дифрактометры считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измеренных углов дифракции находится в диапазоне от 20 до 155 градусов, а абсолютная погрешность при измерении угловых положений дифракционных максимумов не превышает  $\pm 0,04$  градусов.

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

9.2 Дифрактометры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Дифрактометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 г. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) знак поверки аннулируется.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

 А.В.Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

 А. Н. Шобина

Инженер 1 категории  
ФГУП «ВНИИОФИ»

 И.Н. Зябликова

**ПРОТОКОЛ**

**первичной / периодической поверки**

от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ года

**Средство измерений:** Дифрактометры рентгеновские Ultima IV

(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» / )

**Зав.№** \_\_\_\_\_ **№/№** \_\_\_\_\_

Заводские номера блоков

**Принадлежащее** \_\_\_\_\_

Наименование юридического лица, ИНН

**Поверено в соответствии с методикой поверки «ГСИ. Дифрактометры рентгеновские Ultima IV. Методика поверки МП 001.Д4-17», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 18 сентября 2018г.**

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

**С применением эталонов** \_\_\_\_\_

(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

**При следующих значениях влияющих факторов:**

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +35
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106

**Внешний осмотр** \_\_\_\_\_

**Опробование** \_\_\_\_\_

**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

**Рекомендации** \_\_\_\_\_

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:** \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ подписи, ФИО, должность