

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

СОГЛАСОВАНО  
Генеральный директор  
АО «НИЦПВ»



\_\_\_\_\_ Д.М. Михайлюк

« 25 » 03 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометр рентгеновский Ultima IV**

**Методика поверки  
МП 20/42-2021**

Москва  
2021

## СОДЕРЖАНИЕ

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

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометр рентгеновский Ultima IV серийный номер ED2927N (далее - дифрактометр) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок

1.2 Дифрактометр предназначен для измерений параметров кристаллической решетки на основе изучения количественного состава материала и последующего анализа углового распределения интенсивности рентгеновских лучей, дифрагированных на кристаллической решетке.

1.3 При проведении поверки измеряемые дифрактометром значения величин прослеживаются через изготовителя ГСО 10475-2014 (SRV 1976b) National Institute of Technology, USA к единицам международной системы единиц (СИ).

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

1.5 Интервал между поверками - 1 год.

## 2 Перечень операции поверки

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

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций	
			до ввода в эксплуатацию и после ремонта	в процессе эксплуатации
1	Внешний осмотр. Проверка комплектности. Опробование дифрактометра.	7.1	да	да
2	Идентификация программного обеспечения	7.2	да	да
3	Определение метрологических характеристик	7.3		
	Определение диапазона углов сканирования $2\theta$ для регистрации дифрагированного (рассеянного) рентгеновского излучения, град.	7.3.1	да	да
4	Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	7.4		

	Определение абсолютной погрешности измерений межугловых позиций дифракционных линий по $2\theta$ , градусов.	7.4.1	да	да
	Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по $2\theta$ , градусов.	7.4.2	да	да
5	Оформление результатов поверки	7.5		

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

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

### 3 Требования к условиям проведения поверки

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от 20 до 25
- атмосферное давление, кПа.....94-106
- относительная влажность воздуха, % не более.....от 40 до 70
- напряжение питания от сети частотой 50 Гц, В.....180-220

### 4 Требования к квалификации поверителей

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы с дифрактометрами;
- изучившие Руководство по эксплуатации на дифрактометры, а также эксплуатационную документацию на средства поверки;
- прошедшие обучение и допущенные в установленном порядке к поверке СИ данного вида измерений.

## **5 Метрологические и технические требования к средствам поверки**

5.1 При проведении поверки применяются следующие стандартные образцы и средства поверки:

№ п/п	Сведения о средствах поверки, метрологические и технические требования
1	Государственный стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 (SRM 1976b)
2	Прибор комбинированный Testo 622, регистрационный номер ФИФ № 53505-13

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

## **6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки**

6.1 Дифрактометры должны устанавливаться в 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 и ГОСТ 12.1.004-91

6.2 При проведении поверки дифрактометров необходимо соблюдать требования по электробезопасности, указанные в эксплуатационной документации.

6.3 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.

## **Проведение поверки**

### **7. Внешний осмотр, проверка комплектности.**

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации;
- надёжность крепления соединительных элементов;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики дифрактометра.

- наличие на дифрактометре заводского номера и товарного знака фирмы-изготовителя.
- наличие и исправность заземления.

## 8 Подготовка к поверке и опробование

8.1 Подготовку дифрактометра к работе провести в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

8.2 Перед проведением поверки дифрактометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 30 минут.

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

8.4 В соответствии с инструкцией по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и дифрактометром.

8.5 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы напряжений на рентгеновской трубке в диапазоне от 20 кВ до 40 кВ, токов рентгеновской трубки в диапазоне от 2 мА до 40 мА. Убедиться, что диапазон углов хода гониометра, от -3 до +160 градусов

8.6 Убедиться в возможности сканирования по углу  $2\theta$  в диапазоне от 2 до 155 градусов.

8.7 Прибор считается прошедшим операцию поверки по п. 7.2. с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.7.2.1-7.2.4.

## 9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для идентификации программного обеспечения дифрактометра необходимо:

- включить прибор;
- запустить рабочую программу дифрактометра согласно руководству по эксплуатации; запустить программу выполнения измерений.
- прибор считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационное наименование ПО	Integral Intensity Calculation	Standard Measurement
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	6.0	1.2.0.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-	-

## 10 Определение метрологических характеристик

### 10.1 Определение абсолютной погрешности измерений углов дифракции по $2\theta$ градусов

10.1.1 На столик образцов гониометра установить закрепленный в установочный шаблон, изготовленный по размерам штатного калибровочного шаблона дифрактометра, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014.

10.1.2 Устанавливаем следующую конфигурацию дифрактометра:

- источник рентгеновского излучения (трубка): материал анода трубки - медь, фокусировка - линейный фокус;
- тип щели: моторизованная щель для метода Брегга-Брентано (185мм)
- первичные щели Соллера: 5 град.;
- монохроматор дифрагированного пучка

10.1.3 В программе Standart Measurement устанавливаем параметры:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 35 мА.
- оси сканирования: 2 Theta/ Theta
- щель расхождения падающего пучка: 0,5 градуса
- щель высоты падающего пучка: 10 мм.
- щель дифрагированного пучка: 0.5 градуса
- приемная щель детектора: 0.30 мм.

10.1.4 Произвести в автоматическом режиме операцию юстировки образца по высоте.

10.1.5 В режиме сканирования  $\theta/2\theta$  произвести сканирование с параметрами, указанными в таблице 3.

Таблица 3 – Параметры сканирования

Индекс отражения (hkl)	Диапазон сканирования ( $2\theta$ ), град	Шаг сканирования ( $2\theta$ ), град	Время на шаг, с
012	25 - 26,2	0,005	2
116	56,8-58,2	0,01	2
0.1.14	115,8-117,2	0,01	10
146	135,2-136,7	0,02	10

10.1.6 Используя программное обеспечение Integral Intensity, методом «peak-top» определить угловые положения максимумов рефлексов для индексов отражения (012), (116), (0.1.14), (146).

Провести пятикратные измерения каждого диапазона индексов отражения.

## 11 Подтверждение соответствия метрологическим требованиям

### 11.1 Определение абсолютной погрешности измерений межугловых позиций дифракционных линий по $2\theta$ , градусов.

11.1.1 Рассчитать среднее арифметическое угловых положений дифракционных максимумом  $2\theta$  каждого диапазона индексов отражения

11.1.2 Сравнить полученные средние значения с паспортными, указанными в таблице 4:

Таблица 4 Паспортные значения угловых положений максимумов рефлексов для стандартного образца ГСО 10475-2014 и рентгеновской трубки с анодом Cu ( $\text{CuK}\alpha 1$ :  $\lambda = 0.1540593$  нм)

Индекс отражения (hkl)	Угловое положение пика ( $2\theta$ ), град
012	25,575
116	57,495
0.1.14	116,588
146	136,063

11.1.3 Абсолютная погрешность измерений углов дифракции определяется как максимальное значение (по модулю) разности между средним значением углового положения пика и его паспортным значением по всем индексам отражения.

11.1.4 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если абсолютная погрешность измерений углов дифракции не превышает 0,04 град.

### 11.2. Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по $2\theta$

11.2.1. На основании данных, полученных в соответствии с п. 7.3.2.3.определить угловое положение в градусах максимума рефлекса для индекса отражения Si (311).

В случае использования другого образца, отличного от ГСО 10828-2016, подобрать дифракционный пик с относительной интенсивностью не менее 25% от максимальной, не имеющий наложений от пиков примесных фаз.

11.2.2. Определяют среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по  $2\theta$  по формуле:

$$СКО = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [(2\theta)_i - (2\theta)_{cp}]^2}{n - 1}}$$

где  $(2\theta)_{cp}$  – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения

$(2\theta)_i$  - значение углового положения пика по результатам  $n$  измерения.

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если среднеквадратичное отклонение случайной составляющей погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по  $2\theta$ ,  $СКО \leq 0,004^{\circ}$

## 12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы, который хранится в организации, проводившей поверку.

12.2 Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативных актов федеральных органов исполнительной власти. Знак поверки наносится в виде наклейки или оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке дифрактометра.

12.3 При отрицательных результатах поверки дифрактометр запрещают к применению и выдают извещение о непригодности по установленной форме.

Главный метролог АО «НИЦПВ»

С.В. Бондарчук