

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

СОГЛАСОВАНО  
Заместитель директора  
по производственной метрологии  
ФГБУ «ВНИИМС»



А.Е. Коломин  
30 сентября 2022 г.

**Государственная система обеспечения единства измерений  
Дифрактометры настольные рентгеновские ЭКРОС XRD**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 203-43-2022**

Москва, 2022 г.

## 1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры настольные рентгеновские ЭКРОС XRD (далее по тексту – дифрактометры) производства ООО «ЭКРОСХИМ», г. Санкт-Петербург 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 находящийся 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 с действующим сроком годности, с аттестованными значениями стандартного образца прослеживаемыми к единице международной системе СИ (метр) посредством использования стандартных образцов с установленной прослеживаемостью SRM 660c и SRM 676a Национального института стандартов и технологий (NIST), США, 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.

## 2. Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 - 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	Проверка диапазона измерений углов дифракции $2\theta$	10	да	да
5	Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) при измерении угловых положений дифракционных максимумов $2\theta$	11	да	да

6	Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов $2\theta$	12	да	да
---	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----	----	----

### 3. Требования к условиям проведения поверки

3.1 Поверку следует проводить в нормальных условиях окружающей среды:

- температура окружающего воздуха, °C  $20 \pm 5$ ;
- относительная влажность воздуха, не более, % 80.

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 и опыт работы с дифрактометром, а также обязаны знать требования эксплуатационной документации и требования 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 2.

Таблица 2 – 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 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ °C Средство измерений относительной влажности воздуха: диапазон измерений до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 3$ %	Прибор комбинированный Testo 608-N1 (рег. № 53505-13)
10, 11	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)

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений.

5.3 Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке. Стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

## **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 дифрактометра рекомендуется выполнить следующие подготовительные операции:

- ознакомиться с описанием типа и руководством по эксплуатации поверяемого дифрактометра;
- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- выдержать дифрактометр во включенном состоянии не менее 30 минут;
- установить щелевое устройство первичного излучения диаметром 0,1 мм.

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 - MEAS9500 и его версия не ниже 1.0.

## **10. Проверка диапазона измерений углов дифракции 2 $\theta$**

10.1 Определение диапазона измерений углов дифракции производится с использованием ГСО 11420-2019.

10.2 Установить ГСО в держатель дифрактометра. Согласно руководству по эксплуатации провести настройку параметров дифрактометра. В ПО установить время экспозиции - не менее 180 секунд.

10.3 Выполнить регистрацию дифракционной картины в диапазонах для получения сигналов при минимальном и максимальном значениях углов дифракции в соответствии с Руководством пользователя (РП) и убедиться в наличии сигнала в данных углах дифракции. Диапазоны углов для каждой модификации приведены в таблице 3.

Таблица 3 – диапазоны углов дифракции для разных модификаций

Модификация дифрактометра	ЭКРОС XRD-9500	ЭКРОС XRD-9510	ЭКРОС XRD-9520
Диапазон измерений углов дифракции $2\theta$ , °	от 0 до 154	от 0 до 154	от 35 до 75

10.4 Дифрактометр считается прошедшим данный этап поверки, если наблюдаются сигналы при минимальном и максимальном значениях углов дифракции в соответствии с таблицей 3.

## 11. Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) при измерении угловых положений дифракционных максимумов $2\theta$

11.1 Определение СКО при измерении угловых положений дифракционных максимумов производится с использованием ГСО 11420-2019.

11.2 Установить ГСО в держатель дифрактометра. Согласно руководству по эксплуатации провести настройку параметров дифрактометра. В ПО установить время экспозиции - не менее 180 секунд.

11.3 Согласно РП в ПО запустить процедуру «Проведение поверки и тестирования», включающую в себя регистрацию дифракционной картины, ее сохранение, обработку и расчет метрологических характеристик. Зарегистрировать 10 значений углового положения ( $2\theta_{i \text{ измер } j}$ ) для  $i$  кристаллографической плоскости (0.1.2., 1.0.4., 1.1.0., 1.1.3.).

11.4 СКО угловых положений дифракционного максимума определяется по формуле:

$$\text{СКО} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (2\theta_{\text{измер } j} - \bar{2\theta}_{\text{измер}})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где  $n$  число измерений равно 10;

$\bar{2\theta}_{\text{измер}}$  - среднее значение углового положения этого максимума, которое определяется по формуле:

$$\bar{2\theta}_{\text{измер}} = \frac{1}{10} \sum 2\theta_{\text{измер } j} \quad (2)$$

11.5 Дифрактометр считается прошедшим данный этап поверки, если значения СКО для каждой кристаллографической плоскости не превышают значение  $0,02^\circ$ ,  $2\theta$ .

## 12. Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов $2\theta$

12.1 Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов производится с использованием ГСО 11420-2019.

12.2. Значения угловых положений дифракционных максимумов  $2\theta_i$ , для  $i$  кристаллографической плоскости (0.1.2., 1.0.4., 1.1.0., 1.1.3.) в стандартном образце, рассчитывается согласно условию Вульфа-Брегга:

$$2\theta_i = \frac{180}{\pi} \cdot 2\arcsin\left(\frac{m\lambda}{2d_i}\right) \quad (3)$$

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

$\lambda$  – длина волны излучения рентгеновской трубки, указанная в паспорте на дифрактометр;

$d_i$  – межплоскостное расстояние, для  $i$  кристаллографической плоскости рассчитывается по параметрам кристаллической решетки, указанным в паспорте стандартного образца, по формуле:

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

где  $h, k, l$  – индексы Миллера  $i$ -ой кристаллографической плоскости;

$a, c$  – аттестованные значения параметров кристаллической решетки стандартного образца.

12.3 Используя измерения, полученные в п. 11.3, 11.4 определить средние значения угловых положений дифракционных максимумов  $2\bar{\theta}_i$  измер, для каждой  $i$  кристаллографической плоскости.

12.4 Рассчитать значения абсолютной погрешности ( $\Delta$ ) для каждой  $i$  кристаллографической плоскости при измерении угловых положений дифракционных максимумов по формуле:

$$\Delta_i = 2\bar{\theta}_i \text{ измер} - 2\theta_i \quad (5)$$

12.5 Дифрактометр считается прошедшим данный этап поверки, если значения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов ( $\Delta_i$ ) находится в пределах  $\pm 0,05^\circ, 2\theta$ .

### 13. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

13.1 Дифрактометр считается прошедшим поверку, если по пунктам 7-12 соответствует перечисленным требованиям, а полученные результаты измерений не выходят за указанные пределы погрешности.

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

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

### 14. Оформление результатов поверки

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

14.2 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.

14.3 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»



Е.А. Милованова

Начальник лаборатории 203/5  
ФГБУ «ВНИИМС»



Д.А. Карabanов