

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 2θ	10	да	да
5	Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) при измерении угловых положений дифракционных максимумов 2θ	11	да	да

6	Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ	12	да	да
---	--	----	----	----

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1 Поверку следует проводить в нормальных условиях окружающей среды:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 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 ± 3 %	Прибор комбинированный Testo 608-H1 (рег. № 53505-13)
10, 11	Аттестованные значения параметров кристаллической решетки, нм $a=0,4759092$ ($U=0,000008$, $k=2$), $c=1,299337$ ($U=0,000015$, $k=2$)	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 θ

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 2θ , °	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 2θ

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 равное 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 $0,02^\circ$, 2θ .

12. Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ

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);

λ – 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 (Δ) 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 (Δ_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 (ФИИФ).

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. Карабанов