



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

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

14 » декабря 2022 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские
MiniFlex 600**

**Методика поверки
МП ДИ21/43-2021**

Москва
2022

СОДЕРЖАНИЕ

1. Общие положения	3
2. Перечень операции поверки	3
3. Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	4
4. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки.....	5
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	6
10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	6
11. Оформление результатов поверки.....	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские MiniFlex 600 фирмы Rigaku Corporation, Япония (далее - дифрактометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Дифрактометры предназначены для определения фазового состава кристаллических веществ и измерений параметров кристаллической решетки на основе измерений и последующего анализа углового распределения интенсивности рентгеновских лучей, дифрагированных на кристаллической решетке.

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 операции 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 Определение диапазона измерений углов дифракции 2θ и абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ	10.1	Да	Да
4.2 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ	10.2	Да	Да
4.3 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) относительной погрешности измерений интегральной интенсивности дифракционных линий	10.3	Да	Да
4.4 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений отношений интегральных интенсивностей дифракционных линий	10.4	Да	Да
4.5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10.5	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. 10.1-10.4	Параметр кристаллической решетки: a=0,4759137 нм, расширенная неопределенность U=0,0000080 нм, c=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 %. Средство измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ кПа.	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.	10.2

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 «Правила эксплуатации электроустановок потребителем».

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 техническое описание 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 +15 до + 25
- относительная влажность воздуха, % не более.....65

7 Внешний осмотр дифрактометра

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, года изготовления и товарного знака фирмы-изготовителя.
- 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 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 60 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 15 мА.

8.6 Убедиться в возможности сканирования по углу 2θ в диапазоне от +2 до +145°.

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;
- сверить идентификационное наименование и номер версии из верхней строки основного окна программного обеспечения
- 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

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SmartLab Studio II
Номер версии (идентификационный номер) ПО:	1.3.1.3 и выше
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение диапазона измерений углов дифракции 2θ и 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°

10.1.3 Установить параметры:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 15 мА.
- оси сканирования: 2 Theta/ Theta
- шаг сканирования по шкале 2θ : $\leq 0,01^\circ$;
- скорость сканирования: $10^\circ/\text{мин}$

10.1.4 В режиме сканирования $\theta/2\theta$ просканировать весь диапазон: от +2 до +145° по углу 2θ .

После окончания сканирования на экране отображается полученная дифрактограмма с сообщением об успешном завершении сканирования, автоматически будет закрыта заслонка излучателя. Результаты сканирования автоматически сохраняются в файл на ПК.

Убедиться в наличии сигнала дифракции во всем диапазоне сканирования по углу 2θ .

10.1.5 Используя программное обеспечение SmartLab Studio II, определить угловые положения максимумов рефлексов по углу 2θ для индексов отражения (012), (104), (113), (0.2.10), (226), (1.3.10).

10.1.6 Провести пятикратные измерения по п.п. 10.1.4-10.1.5 и определить средние значения $2\theta(hkl)_{изм}$ (в градусах) угловых положений максимумов рефлексов для индексов отражения (hkl): (012), (104), (0.2.10), (1.3.10).

10.1.7 Определить для каждого индекса отражения отклонение средних измеренных значений $2\theta(hkl)_{изм}$ от паспортных $2\theta(hkl)_{пасп}$, указанных в таблице 4, по формуле:

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

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

Индекс отражения (hkl)	Паспортное значение $2\theta(hkl)_{пасп}$ углового положения пика 2θ , °
012	25,575
104	35,147
113	43,351
0.2.10	88,989
226	95,242
1.3.10	127,669

10.1.8 Определить предел абсолютной погрешности (по модулю) измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ по формуле:

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

10.2 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ

10.2.1 На основании данных, полученных по п. 10.1.6, определить угловое положение в градусах максимума рефлекса по углу $(2\theta)_i$ для индекса отражения (104) для каждого измерения с номером i ($i=1, 2, \dots, 5$).

10.2.2 Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ по формуле:

$$СКО = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [(2\theta)_i - (2\theta)_{cp}]^2}{n-1}} \quad (3)$$

где $(2\theta)_{cp}$ – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения по 2θ , $(2\theta)_i$ - значение углового положения пика по результатам измерения с номером i , $n = 5$.

10.3 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) относительной погрешности измерений интегральной интенсивности дифракционных линий

10.3.1 На основании данных, полученных по п. 10.1.6, определить для каждого измерения с номером i ($i=1, 2, \dots, 5$) значение интегральной интенсивности I_i дифракционной линии, соответствующей индексу отражения (104).

Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей относительной погрешности измерений интегральной интенсивности дифракционных линий по формуле:

$$S_{\text{отн}} = \frac{100\%}{\bar{I}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} \quad (4)$$

где $\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}$, $n = 5$ (5)

10.4 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений отношений интегральных интенсивностей дифракционных линий

10.4.1 На основании данных, полученных по п. 10.1.6, определить для каждого измерения с номером i ($i=1, 2, \dots, 5$) значения интегральных интенсивностей $I_{(113)i}$ и $I_{(226)i}$ дифракционных линий, соответствующих индексам отражения (113) и (226) соответственно (таблица 4). Определить отношение K_i интегральных интенсивностей дифракционных линий по формуле

$$K_i = \frac{I_{(226)i}}{I_{(113)i}} \quad (6)$$

Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерений отношений интегральных интенсивностей дифракционных линий по формуле:

$$S = 100\% \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (K_i - \bar{K})^2}{n-1}} \quad (7)$$

где $\bar{K} = \frac{\sum_{i=1}^n K_i}{n}$, $n = 5$ (8)

10.5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.5.1 Результаты определения диапазона измерений углов дифракции 2θ считать положительными, если выполнены требования п.10.1.4. При этом диапазоном измерений углов дифракции 2θ следует считать диапазон от $+2$ до $+145^\circ$.

Результаты определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ считать положительными, если выполнено требование для значения $\Delta 2\theta$, определенного по формуле (2):

$$\Delta 2\theta \leq 0,1^\circ$$

10.5.2 Результаты определения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ считать положительными, если для значения СКО, определенного по (3), выполнено требование:

$$СКО \leq 0,005^\circ$$

10.5.3 Результаты определения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) относительной погрешности измерений интегральной интенсивности дифракционных линий считать положительными, если для значения $S_{отн}$, определенного по (4), выполнено требование:

$$S_{отн} \leq 1 \, \%.$$

10.5.4 Результаты определения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений отношений интегральных интенсивностей дифракционных линий считать положительными, если для значения S , определенного по (7), выполнено требование:

$$S \leq 0,25 \, \%.$$

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, который хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 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.

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

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



В.Б. Митюхляев