

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Заместитель генерального директора
Крицков
Доверенность № 54/2021
М.П. М.П.
« 19 » 08 2024 г.
А.Н. Пронин

Государственная система обеспечения единства измерений

**Дифрактометры рентгеновские
модели ДРОН-8Н и ДРОН-8Т**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2585-2024

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ А.В. Колобова

Ведущий инженер
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург
2024 г.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские модели ДРОН-8Н и ДРОН-8Т (далее – дифрактометры) с установленным программным обеспечением DRON-8 Data collection версии 0.1.0.X (X принимает значения от 7 до 100) со следующими блоками детектирования:

- сцинтилляционный точечный детектор,
- линейный позиционно-чувствительный детектор

и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость дифрактометров к государственному первичному эталону единицы длины -метра ГЭТ 2-2021 путем применения средств измерений утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 г. № 2840 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм».

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым СИ величины, воспроизводимой стандартным образцом.

2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1- Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки	Обязательность выполнения операций поверки при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7	да	да
Контроль условий поверки	8.3	да	да
Опробование	8.4	да	да
Проверка программного обеспечения	9	да	да
Определение метрологических характеристик	10	да	да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	да	да

2.2 Операции по проведению опробования и определению метрологических характеристик проводят для каждого из блоков детектирования, входящих в комплект поставки дифрактометра.

2.3 Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки с использованием одного блока детектирования (сцинтилляционный точечный детектор или линейный позиционно-чувствительный детектор) из состава дифрактометра в соответствии с запросом потребителя с указанием в свидетельстве о поверке сведений о поверенном блоке детектирования.

2.4. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
(при допускаемом колебании температуры за время поверки не более, чем на $\pm 2^\circ\text{C}$)
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

4. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1. Поверка дифрактометров должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации дифрактометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Подготовка к поверке и опробование. п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) с аттестованными значениями параметров кристаллической решетки a и c : расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) не должна превышать 0,00001 нм для параметра a , не должна превышать 0,00005 нм для параметра c	ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b) Параметры кристаллической решетки: $a=0,4759137$ нм, расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) 0,0000080 нм; $c=1,299337$ нм, расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) 0,000015 нм. Относительная интенсивность дифракционных максимумов от 8,17 до 87,79 %; расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) от 0,07 до 0,63 %
п.8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15°C до +25°C с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5^\circ\text{C}$; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 85 % с основной абсолютной погрешностью не более $\pm 3,0$ %	Прибор комбинированный Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13)
Примечание - Допускается использовать при поверке другие поверенные средства измерений и стандартные образцы утвержденного типа, обеспечивающие определение МХ СИ с требуемой точностью.		

6. ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1. Требования безопасности должны соответствовать правилам и нормам, изложенным в руководстве по эксплуатации дифрактометров.

6.2. При проведении операций поверки следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида дифрактометра описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- соблюдение требований по защите дифрактометра от несанкционированного доступа, указанных в описании типа СИ: наличие и целостность пломб в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей дифрактометр;
- отсутствие на наружных поверхностях дифрактометра повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.2. В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки они должны быть устранены до начала поверки.

8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовку дифрактометра к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации дифрактометров, часть 1, и Руководстве оператора программного комплекса Data Collection.

8.2. Если дифрактометр и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в пункте «Требования к условиям проведения поверки» настоящей МП, то их следует выдержать при этих условиях не менее часа или времени, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый дифрактометр и средства поверки.

8.3. При подготовке к поверке проверить выполнение условий пунктов 3, 4, 5, 6 настоящей методики поверки и занести в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающей среды, относительная влажность воздуха).

8.4. Опробование дифрактометра заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации (РЭ, часть 1) и руководством оператора ПО Data Collection, выполнении процедуры «Инициализация» в соответствии с РЭ, часть 1. Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на мониторе ПК после загрузки ПО Data Collection не появляется сообщений об ошибках.

9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Определение идентификационных данных ПО Data Collection.

В главном меню окна ПО Data Collection открыть меню «Справка», в раскрывающемся списке выбрать подменю «О программе». В открывшемся окне приведено наименование ПО Data Collection. Пример окна идентификации наименования ПО приведен на рисунке 1.

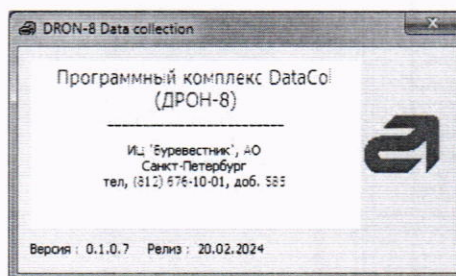


Рисунок 1 - Окно с идентификационным наименованием ПО Data Collection

В главном меню окна ПО Data Collection открыть меню «Информация», в раскрывающемся списке выбрать подменю «Идентификационные данные». В открывшемся окне приведены наименования и номера версий ПО Data Collection, цифровые идентификаторы исполняемого файла DataCol.exe. Пример окна идентификации наименований ПО, номеров версий и цифровых идентификаторов ПО Data Collection приведен на рисунке 2.

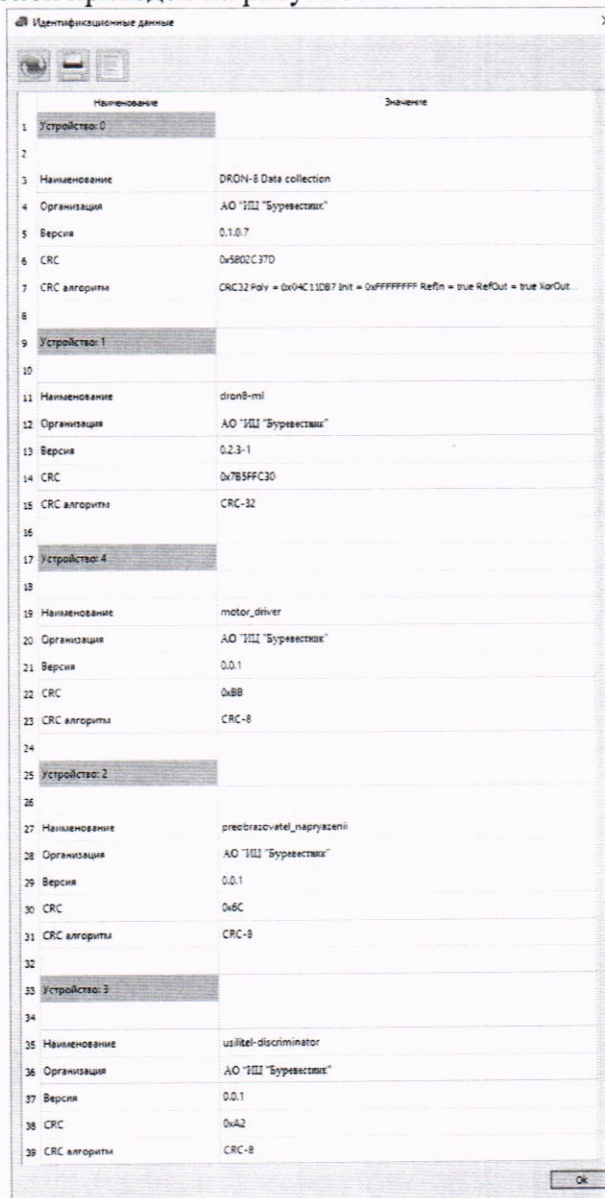


Рисунок 2- Окно с номерами версий и с цифровыми идентификаторами ПО Data Collection

9.2. Дифрактометр считается выдержавшим поверку по п. 9, если версия программы верхнего уровня DRON-8 Data collection 0.1.0.X (X принимает значения от 7 до 100), версия программы среднего уровня dron8-m1 0.2.3-Y (Y принимает значения от 1 до 100), версии программ нижнего уровня 0.0.Z (Z принимает значения от 1 до 100), а полные версии и цифровые идентификаторы ПО Data Collection совпадают с указанными в паспорте на поверяемый дифрактометр.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

10.1. Проверка диапазона измерений углов дифракции 2θ


10.1.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки ГСО 10440-2014 (оксид алюминия) (SRM 1976b).

10.1.2. Перед проведением измерений вывести образец на ось гониометра в соответствии с п. 11.6.2.2 руководства по эксплуатации (РЭ, часть 1). Установить диафрагмы, щели Соллера и бета-фильтр в щелевые устройства на первичном и дифрагированном пучке в зависимости от комплектации дифрактометра параболическим зеркалом, сцинтилляционным точечным детектором или линейным позиционно-чувствительным детектором, а также убедиться, что установлен высоковольтный режим с параметрами 40 кВ, 30 А (см. таблицу 3).

10.1.3. В Главном окне программы DataCollection выполнить команду Файл/Новый (поз. 1 рисунок 3а) и задать условия эксперимента в соответствии с таблицей 5:

1) выбрать метод измерения (поз. 2 на рисунке 3а);

2) выбрать тип сканирования (поз. 3 на рисунке 3а);

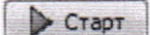
3) при помощи кнопки  «Добавить интервал» (поз. 4 на рисунке 3а) вызвать окно для выбора условий измерения и заполнить его:

- для дискретного типа сканирования задать начальный и конечный углы сканирования (в градусах), шаг сканирования (в градусах), экспозицию (в секундах) и число сканирований;

- для непрерывного типа сканирования задать начальный и конечный углы сканирования, шаг сканирования (в градусах) и скорость сканирования (градус/мин);

4) задать вращение образца (поз. 5 на рисунке 3а) в зависимости от установленной приставки или держателя образца (20, 30 или 60 об/мин). С базовым держателем образца выбрать скорость вращения 1 об/с;

5) из выпадающего списка на панели «Измерить» (поз. 6 на рисунке 3а) выбрать «Все» (установлено по умолчанию) при наличии только одной строки в таблице «Интервалы» (поз. 8 на рисунке 3а) либо отметить требуемый для измерения интервал из таблицы «Интервалы», а из выпадающего списка на панели «Измерить» выбрать «Выбранные»;

6) нажать на кнопку  «Старт» для начала измерений (поз. 7 на рисунке 3а);

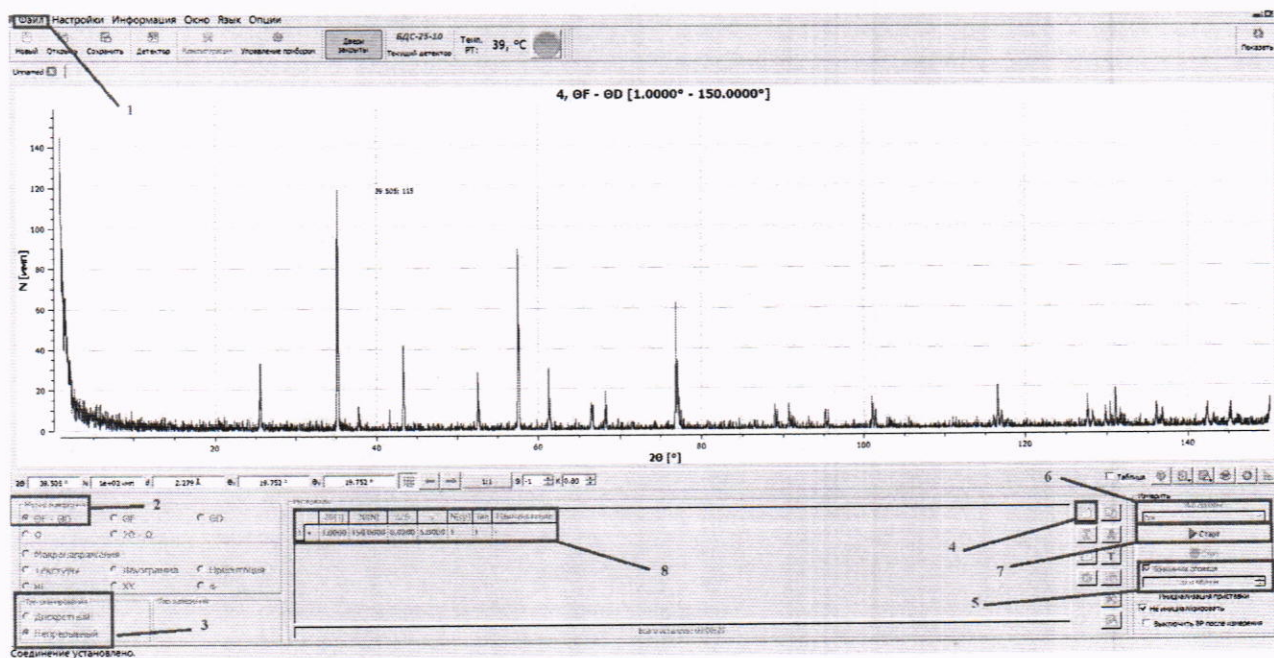
7) для линейного позиционно-чувствительного детектора установить значение 300 в панели «Окно» (рисунок 3б).

10.1.4. Измерения проводить при следующих условиях:

Таблица 3 – Условия проведения измерений для проверки диапазона измерений углов дифракции

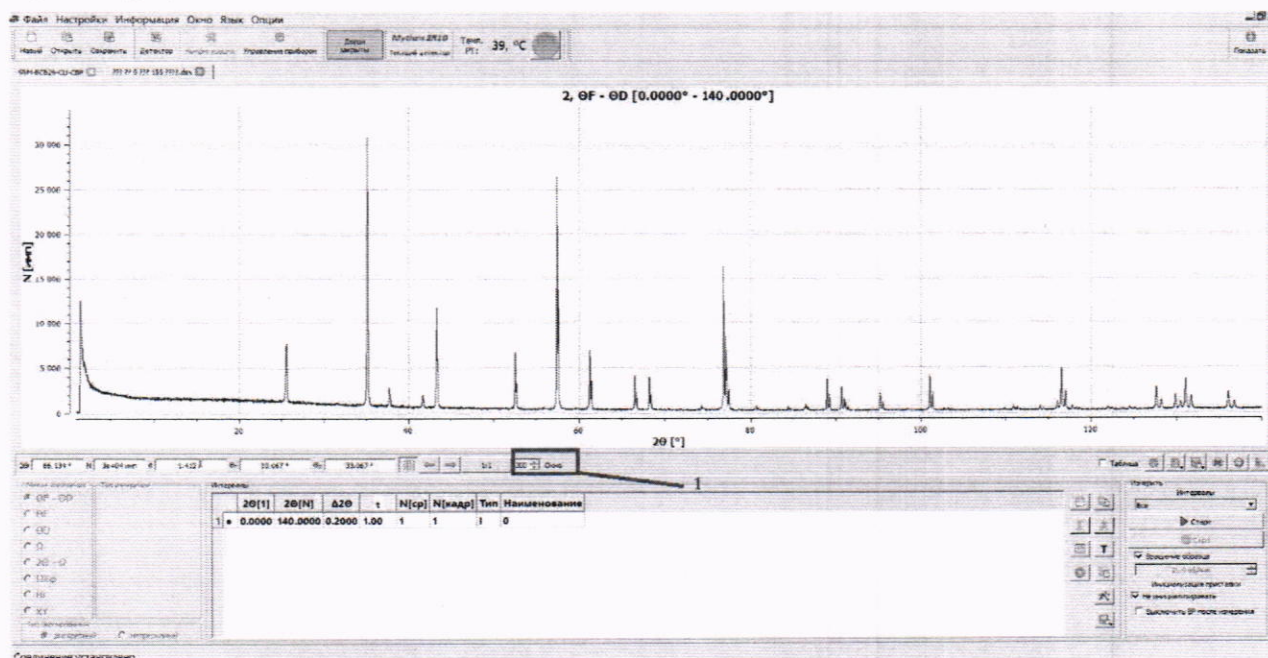
Наименование параметра	Значение параметра	
	при использовании блока детектирования сцинтилляционный точечный детектор	линейный позици- онно-чувствительный детектор
Рентгеновская трубка	Cu / Co анод	
Метод измерения	$\theta_F - \theta_D$	
Метод сканирования	непрерывный	дискретный
Ток анода рентгеновской трубки, А	30	
Напряжение анода рентгеновской трубки, кВ	40	
Размеры щелей на первичном пучке: экваториальная щель, мм	0,5	
аксиальная щель, мм	10,0	
экваториальная щель, мм	1,0 (без зеркала) / 0,25 (с зеркалом)	
Размеры щелей на дифрагированном пучке: экваториальная (антирассеивающая) щель, мм	2,0 (БДС*) / - (ПЧД**)	
экваториальная щель, мм	0,1 (БДС*) / - (ПЧД**)	
регулируемая аксиальная щель, мм	10,0 (БДС*) / - (ПЧД**)	

Наименование параметра	Значение параметра при использовании блока детектирования	
	сцинтилляционный точечный детектор	линейный позици- онно-чувствительный детектор
Щель Соллера расходимостью, градус на первичном пучке на дифрагированном пучке	1,5 1,5 (БДС*) / 2,5 (ПЧД**)	
Интервал сканирования 2θ	от $+1^\circ$ до $+150^\circ$	от 0° до $+140^\circ$
Шаг сканирования	$0,02^\circ$	$0,2^\circ$
Скорость сканирования, $^\circ/\text{мин}$	5	-
Экспозиция в точке, с	-	1
β -фильтр	Ni ./ Fe (без зеркала) / - (с зеркалом)	
Число сканирований, раз	1	
Окно	-	300
Вращение образца	обязательно	
* - при использовании блока детектирования - сцинтилляционный точечный детектор (БДС), ** - при использовании блока детектирования - линейный позиционно-чувствительный детек- тор (ПЧД)		



- 1 – вкладка «Файл»; 2 – панель выбора метода измерений;
 3 – панель выбора типа сканирования; 4 – кнопка «Добавить интервал»;
 5 – панель «Вращение образца»; 6 – Панель «Измерить»;
 7 – кнопка «Старт»; 8 – Панель «Интервалы»

Рисунок 3а - Главное окно программы DataCollection при измерении сцинтилляционным точечным детектором



1 – панель «Окно»

Рисунок 3б - Главное окно программы DataCollection при измерении линейным позиционно-чувствительным детектором

10.1.5. Убедиться в регистрации дифрактограммы в диапазоне углов 2θ от $+1^\circ$ до $+150^\circ$ (при использовании блока детектирования - сцинтилляционный точечный детектор, рис. 3а) и от $+1^\circ$ до $+140^\circ$ (при использовании блока детектирования - линейный позиционно-чувствительный детектор, рис. 3б).

10.2. Определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне.

10.2.1. Для проведения измерений по пункту 10.2 применяют ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

10.2.2. Измерения проводят при помощи программной опции «Калибровка по стандарту» во вкладке «Другие функции» окна «Управление прибором» программы Data Collection в соответствии с руководством по эксплуатации дифрактометров (РЭ, часть 1) и руководством оператора «Программное обеспечение Data Collection для управления и сбора данных». Установить следующие диафрагмы в зависимости от конфигурации дифрактометра (таблица 4):

Таблица 4 – Условия коллимации пучка

Наименование параметра	Значение параметра
Размеры щелей на первичном пучке: экваториальная щель, мм аксиальная щель, мм экваториальная щель, мм	1,0 10,0 2,0 (без зеркала) / 0,25 (с зеркалом)
Размеры щелей на дифрагированном пучке: экваториальная (антирассеивающая) щель, мм экваториальная щель, мм регулируемая аксиальная щель, мм	2,0 (БДС*) / - (ПЧД**) 0,1 (БДС*) / - (ПЧД**) 10,0 (БДС*) / - (ПЧД**)
Щель Соллера расходимостью, градус на первичном на дифрагированном пучке	1,5 1,5 (БДС) / 2,5 (ПЧД)
* - при использовании блока детектирования - сцинтилляционный точечный детектор (БДС), ** - при использовании блока детектирования - линейный позиционно-чувствительный детектор (ПЧД)	

10.2.3. В держатель образца установить стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки, указанный в п. 10.2.1 МП.

10.2.4. В соответствии с п. 11.6.2.2 руководства по эксплуатации дифрактометра (РЭ, часть 1) до начала измерения вывести стандартный образец на ось гониометра.

10.2.5. С помощью программной функции «Калибровка по стандарту» ПО «Data Collection» в соответствии с п. 11.9 руководства по эксплуатации (РЭ, часть 1) провести калибровку по стандартному образцу, указанному в п. 10.2.1 МП. Для этого загрузить шаблон для Al_2O_3 , содержащий 12 максимумов в диапазоне углов 2θ от 25° до 155° . Выбрать излучение из выпадающего списка (Cu / Co) в зависимости от применяемой рентгеновской трубки (Cu / Co анод). Программа автоматически исключит из списка один или два дальнеугловых рефлекса, не попадающих в диапазон сканирования до 150° (для сцинтилляционного точечного детектора) / 140° (для линейного позиционно-чувствительного детектора) для выбранной длины волны. Таким образом, для Cu-излучения количество рефлексов в списке станет 10 или 11 в зависимости от установленного детектора, а для Co-излучения сократится до 8 для любой конфигурации. Запустить измерение.

10.2.6. Программа в автоматическом режиме выполнит серию $\theta_F-\theta_D$ сканирований в указанных диапазонах, аппроксимирует измеренные рефлексы, определит их угловые положения для $K_{\alpha 1}$ -линии, рассчитает отклонения от табличных значений и по этим данным построит калибровочную кривую. Применить полученную калибровку в случае, если точки кривой имеют разброс менее $\pm 0,05^\circ$.

10.2.7. Перейти в режим «Проверка», загрузить шаблон для Al_2O_3 , содержащий 12 максимумов в диапазоне углов 2θ от 25° до 155° . Выбрать излучение из выпадающего списка (Cu / Co) в зависимости от применяемой рентгеновской трубки (Cu / Co анод). Программа автоматически исключит из списка один или два дальнеугловых рефлекса, не попадающих в диапазон сканирования до 150° (для сцинтилляционного точечного детектора) / 140° (для линейного позиционно-чувствительного детектора) для выбранной длины волны. Запустить измерение.

Процедура проверки направлена на определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне для каждого типа детектора (выводятся на дисплее монитора в столбце Δ_{ij}°). Табличные значения угловых положений дифракционных максимумов приведены в таблице 5.

За абсолютную погрешность измерений угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне для каждого типа детектора принимают наибольшее по абсолютной величине значение.

10.3. Определение абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки.

10.3.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

10.3.2. После проведения процедуры проверки по п. 10.2.6 настоящей МП произведите определение абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки. Расчет осуществляется при помощи программной функции «Расчет ПЭЯ» программы «Data Collection» во вкладке «Калибровка по стандарту». Для перехода к расчету необходимо нажать на кнопку «Окно ПЭЯ».

10.3.3. Расчет абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки (параметров a и c , нм) осуществляется по угловым положениям измеренных 8-12 рефлексов в зависимости от конфигурации дифрактометра и применяемой рентгеновской трубки (таблица 5). Для этого необходимо выбрать из выпадающего списка то исполнение стандартного образца (SRM-1976a, SRM-1976b или SRM-1976c), для которого проводили измерения. Расчет будет проведен автоматически после нажатия соответствующей кнопки под таблицей с рефлексами. Рассчитываются параметры кристаллической решетки a и c для Al_2O_3 и абсолютные погрешности измерений параметров кристаллической решетки Δa и Δc . Результаты выводятся на дисплей монитора.

Таблица 5

Угловые положения максимумов 2θ $\text{Cu}(\text{Co})_{\text{K}\alpha 1}^{\text{ГСО}}$, градусы	Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, hkl)		
	h	k	l
25,575 (29,786)	0	1	2
35,147 (41,049)	1	0	4
43,351 (50,796)	1	1	3
57,495 (67,903)	1	1	6
61,297 (72,592)	0	1	8
68,207 (81,247)	3	0	0
88,989 (108,944)	0	2	10
101,066 (127,392)	2	1	10
127,669 (-)	1	3	10
136,063 (-)	1	4	6
142,292 ¹⁾ (-)	1	1	15

¹⁾ - не применяется для линейного позиционно-чувствительного детектора

10.4. Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ и относительного среднеквадратичного отклонения (ОСКО) случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий.

10.4.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки ГСО 10440-2014 (оксид алюминия) (SRM 1976b).

10.4.2. Проверку проводить в программной опции «Расчет погрешности измерений» (см. раздел 11.10 ТА08.1.210.081 РЭ, часть 1) при многократном измерении рефлекса 104 (для Cu излучения $2\theta = 35,14^\circ$, для Co излучения $2\theta = 41,04^\circ$) от стандартного образца, указанного в п. 10.4.1 МП. Коллимация пучка соответствует таблице 6.

Таблица 6.

Наименование параметра	Значение параметра
Размеры щелей на первичном пучке: экваториальная щель, мм аксиальная щель, мм экваториальная щель, мм	1,0 10,0 2,0 (без зеркала) / 0,25 (с зеркалом)
Размеры щелей на дифрагированном пучке: экваториальная (антирассеивающая) щель, мм экваториальная щель, мм регулируемая аксиальная щель, мм	2,0 (БДС*) / - (ПЧД**) 0,1 (БДС*) / - (ПЧД**) 10,0 (БДС*) / - (ПЧД**)
Щель Соллера расходимостью, градус на первичном пучке на дифрагированном пучке	1,5 1,5 (БДС*) / 2,5 (ПЧД**)
* - при использовании блока детектирования - сцинтилляционный точечный детектор (БДС), ** - при использовании блока детектирования - линейный позиционно-чувствительный детектор (ПЧД)	

10.4.3. Проводится 1 серия из 10 измерений.

Измерения проводятся без вращения образца в автоматическом режиме путем θ - θ сканирования углового диапазона $2\theta = 34,90^\circ - 35,40^\circ$ (Cu - анод) / $40,70^\circ - 41,40^\circ$ (Co - анод) с шагом $0,01^\circ$ (для сцинтилляционного точечного детектора) / $0,05^\circ$ (для позиционно-чувствительного детектора) и экспозицией в точке 2 с.

При измерении с зеркалом и сцинтилляционным точечным детектором установить щель Соллера с расходимостью 2,5 градуса и приемную щель перед детектором 0,25 мм, задать шаг сканирования 0,02°. Экспозиция в точке должна обеспечивать пиковую интенсивность рефлекса не менее 3000 имп.

По окончании измерений автоматически рассчитываются (и выводятся на мониторе) значения:

- СКО случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ ($S_{\theta}(2\theta_{\text{эксп}})$);
- относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий ($S_{\theta}(I_{\text{макс}})$).

11. ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1. Дифрактометр считать выдержавшим поверку по п. 10.1, если диапазон измерений углов дифракции 2θ составляет

- от плюс 1° до плюс 150° при использовании блока детектирования - сцинтилляционный точечный детектор,
- от плюс 1° до плюс 140° при использовании блока детектирования - линейный позиционно-чувствительный детектор.

11.2. Дифрактометр считать выдержавшим поверку по п. 10.2, если абсолютная погрешность измерения угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне не превышает $\pm 0,01^\circ$.

11.3. Дифрактометры считать выдержавшими поверку по п. 10.3, если абсолютная погрешность определения параметров кристаллической решетки не превышает $\pm 0,0001$ нм для параметра a и $\pm 0,0010$ нм для параметра c .

11.4. Дифрактометры считать выдержавшими поверку по п. 10.4, если:

- среднеквадратичное отклонение случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ не превышает $0,001^\circ$ при измерениях с линейным позиционно-чувствительным детектором и не превышает $0,002^\circ$ при измерениях со сцинтилляционным точечным детектором;
- относительное СКО случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий не превышает 2 %.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

12.2. Сведения о результатах поверки СИ передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений.

12.3. При положительных результатах поверки дифрактометр признается годным к применению, по заявлению владельца или лица, представившего дифрактометр на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие дифрактометра метрологическим требованиям к средству измерений. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в случае его оформления и (или) в паспорт.

12.4. При отрицательных результатах поверки дифрактометр к применению не допускают, по заявлению владельца или лица, представившего дифрактометр на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин.