



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора
С.А. Денисенко

М.Д.



«31» марта 2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ДИФРАКТОМЕТРЫ РЕНТГЕНОВСКИЕ ТД

Методика поверки

РТ-МП-281-203-2025

г. Москва
2025 г.

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские DX, модификаций TD-3500 и TDM-10 (далее по тексту – дифрактометры), изготавливаемые Dandong Tongda Science & Technology Co., Ltd., Китай 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 Первичной поверке подвергается каждый экземпляр дифрактометра.

1.3 Периодической поверке подвергается каждый экземпляр дифрактометра, находящийся в эксплуатации, через установленный межповерочный интервал. Дифрактометр, введенный в эксплуатацию и находящаяся на длительном хранении (более одного межповерочного интервала), подвергается периодической поверке только после окончания хранения.

1.4 Обеспечение прослеживаемости поверяемого дифрактометра осуществляется посредством использования при поверке государственного стандартного образца утвержденного типа и с действующим сроком годности, с аттестованными значениями стандартного образца прослеживаемыми к единице международной системе СИ (метр) посредством использования стандартных образцов с установленной прослеживаемостью (Национальный институт стандартов и технологий, США) NIST SRM 660c и SRM 676a для калибровки дифрактометра при определении метрологических характеристик стандартного образца.

1.5 При определении метрологических характеристик поверяемого дифрактометра используется метод непосредственного сравнения результата измерений поверяемого дифрактометра с действительным значением параметра средства поверки.

1.6 Настоящая методика поверки применяется для поверки дифрактометров, используемых в качестве средств измерений.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические требования к средствам измерений

Наименование характеристики	Значение	
	Модификация TDM-10	Модификация TD-3500
Диапазон измерений углов дифракции 2θ	от 0° до 150°	от 0° до 160°
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ		$\pm 0,02$

2. Перечень операций поверки

При проведении поверки дифрактометра должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	8

Продолжение таблицы 2

Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10
Определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ	Да	Да	10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10.2

В случае отрицательного результата при проведении одной из операций, поверку дифрактометра прекращают и дифрактометр признают не прошедшими поверку.

3. Требования к условиям проведения поверки

Поверку следует проводить в нормальных условиях окружающей среды:

- температура окружающего воздуха, $^{\circ}\text{C}$ 20 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80.

Дифрактометр и другие средства поверки выдерживают не менее 1 часа при постоянной температуре, соответствующей нормальным условиям.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица, ознакомившиеся: с настоящей методикой поверки, эксплуатационной документацией на дифрактометр, а также с нормативно - технической документацией на применяемые средства поверки.

К проведению поверки допускаются специалисты организации, аккредитованной в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений данного вида, имеющие необходимую квалификацию.

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 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и опробование	<p>Средство измерений температуры окружающей среды: диапазон измерений от +15 до +25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ °C</p> <p>Средство измерений относительной влажности воздуха: диапазон измерений до 65 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %</p>	Прибор комбинированный Testo 608-H1 (рег. № 53505-13)
п.10.1 Определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 20	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)
Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		ГСО 11420-2019 Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976)

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.

При внешнем осмотре проверяют соответствие внешнего вида дифрактометра эксплуатационной документации, комплектности, маркировки.

Проверяют отсутствие механических повреждений дифрактометра, влияющих на его работоспособность, а также целостность кабелей связи и электрического питания.

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

Перед проведением поверки и в процессе выполнения операций поверки проверяют и контролируют соответствие условий поверки требованиям, приведённым в п. 3 настоящей методики поверки.

Перед проведением поверки следует выполнить следующие подготовительные операции:

- ознакомиться с руководством по эксплуатации поверяемого дифрактометра;
- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- выдержать дифрактометр во включенном состоянии не менее 30 минут.

Перед опробованием должны быть проведены подготовительные работы согласно эксплуатационной документации.

При опробовании проверяется работоспособность дифрактометра в соответствии с требованиями его эксплуатационной документации и проводится проверка диапазона измерений. Определение диапазона измерений угловых положений дифракционных максимумов производится с использованием ГСО 11420-2019. Необходимо расположить и закрепить ГСО 11420-2019 в дифрактометре согласно его эксплуатационной документации и произвести съемку дифрактограммы со следующими параметрами съемки: шаг сканирования $0,03^\circ$, скорость сканирования 0,1 с. В диапазоне измерений углов дифракции 2θ , указанном в таблице 3, должна наблюдаться регистрация интенсивности.

Дифрактометр считается прошедшим данный этап поверки, если соблюдены все вышеперечисленные требования, установлено, что он функционирует в соответствии с эксплуатационной документацией и диапазон измерений углов дифракции 2θ соответствует значениям, приведённым в таблице 1.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

Идентификацию программного обеспечения (далее по тексту – ПО) проводят по следующей методике:

- запустить программное обеспечение;
- проверить наименование программного обеспечения следующим образом в главном меню программы выбрать вкладку «Help», из выпадающего списка нажать «About» проверить идентификационные данные ПО на мониторе с приведенными в таблице № 5.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	X – Ray Diffractometer Data Collector
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.21.0
Цифровой идентификатор ПО	-

Дифрактометр считается поверенным в части проверки программного обеспечения, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

10. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ

Расположить и закрепить ГСО в дифрактометре согласно его эксплуатационной документации. Выполнить регистрацию дифракционной картины в диапазонах сканирования (при минимальном и максимальном значениях углов дифракции) для получения сигналов дифрактограмм для определения угловых положений дифракционных максимумов, $2\theta_i$, ° для кристаллографических плоскостей с индексами Миллера (104), (116), (2.1.10), (146).

Параметры съемки для получения указаны в таблице 5.

Таблица 5 – Параметры съемки для определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов.

Индексы Миллера (hkl)	Положение пика, 2θ , °	Диапазон сканирования 2θ , °	Шаг сканирования, 2θ , °	Время экспозиции, с
1	2	3	4	5
(104)	35,148	от 34 до 36	0,01	0,5
(116)	57,495	от 56 до 58	0,01	0,5
(2.1.10)	101,066	от 100 до 102	0,02	0,5
(146)	136,066	от 135 до 137	0,02	0,5

Для определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов рассчитать значение углов дифракционных максимумов, $2\theta_i$, °, для i -ой кристаллографической плоскости в стандартном образце, согласно условию Вульфа-Брегга (При использовании других аналогичных ГСО допускается использование кристаллографических плоскостей с другими индексами Миллера). Рассчитанные значения угловых положений дифракционных максимумов для кристаллографических плоскостей ГСО 11420-2019 приведены в столбце №2 таблице 5.

$$2\theta_i = \frac{180}{\pi} \cdot 2 \cdot \arcsin\left(\frac{m\lambda}{2d_i}\right), \quad (1)$$

где m - порядок дифракционного максимума (принимается равным 1);

λ - длина волны излучения рентгеновской трубки, с анодом из меди $\lambda=0,15406$ нм;

$\pi = 3,14159$;

d_i - межплоскостное расстояние, нм, рассчитываемое для i -ой кристаллографической плоскости по параметрам кристаллической решетки, указанным в паспорте стандартного образца, по формуле:

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

где h, k, l - индексы Миллера i -ой кристаллографической плоскости: (104), (116), (2.1.10), (146);

a, c - аттестованные значения параметров кристаллической решетки ГСО, указанные в паспорте на ГСО.

Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов для каждой кристаллографической плоскости по формуле:

$$\Delta_i = 2\theta_j - 2\theta_i \quad (3)$$

где $2\theta_j$ — измеренное значение углового положения j -ого дифракционного максимума в стандартном образце, $^{\circ}$.

Результаты поверки в части определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов не выходят за пределы $\pm 0,02^{\circ}$.

10.2. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Дифрактометр считается прошедшим поверку, если по пунктам 7-9 соответствует перечисленным требованиям, а полученные результаты определения погрешности измерений в пункте 10 не выходят за указанные пределы.

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

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

11. Оформление результатов поверки

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

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.

При отрицательных результатах поверки дополнительно по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности на бумажном носителе.

Начальник отдела 203
ФБУ «НИЦ ПМ - Ростест»

М.Л. Бабаджанова

Заместитель начальника отдела 203
ФБУ «НИЦ ПМ - Ростест»

Д.А. Карабанов

Инженер II категории
ФБУ «НИЦ ПМ - Ростест»

К. А. Петросян