



## СОДЕРЖАНИЕ

1. Общие положения .....	3
2. Перечень операций 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 дифрактометра метрологическим требованиям.....	6
11. Оформление результатов поверки.....	13
12. Приложение А. Расчет углового положения дифракционного максимума.....	14

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские ДРОН (далее – дифрактометры), выпускаемые в модификациях ДРОН-8НС и ДРОН-8ТС, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Дифрактометры предназначены для измерений интенсивности и углов дифракции рентгеновского излучения, рассеянного на кристаллическом объекте, и могут применяться для рентгенодифракционного анализа фазового состава, структурного состояния и ориентации широкого круга объектов различной формы и размера.

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

Таблица 1 – Метрологические требования к средству измерений

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений углов дифракции $2\theta$ : - с блоком детектирования: сцинтилляционный точечный детектор - с блоком детектирования: линейный позиционно-чувствительный детектор	от $+1^\circ$ до $+150^\circ$ от $+1^\circ$ до $+140^\circ$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов	$\pm 0,01^\circ$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки, нм: - $\Delta a$ - $\Delta c$	$\pm 0,0001$ $\pm 0,0010$
Среднеквадратичное отклонение (СКО) случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по $2\theta$ , не более: - с блоком детектирования: сцинтилляционный точечный детектор - с блоком детектирования: линейный позиционно-чувствительный детектор	$0,002^\circ$ $0,001^\circ$
Относительное среднеквадратичное отклонение (ОСКО) случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий, %, не более	2

1.4 При проведении поверки измеряемые дифрактометрами значения величин прослеживаются через изготовителя ГСО 10475-2014 (SRM 1976b) National Institute of Standards and Technology, США, к единице международной системы единиц (СИ) - метру.

1.5 Поверка дифрактометров проводится методом непосредственного сличения с ГСО 10475-2014.

## 2 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 - Операции, выполняемые при проведении поверки

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1	2	3	4
1. Внешний осмотр дифрактометра	7	Да	Да
2. Подготовка к поверке и опробование дифрактометра	8	Да	Да

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4
3. Проверка программного обеспечения дифрактометра	9	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия дифрактометра метрологическим требованиям	10	Да	Да
5 Оформление результатов поверки	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 В случае наличия двух блоков детектирования согласно комплекту поставки, методикой поверки предусмотрена возможность, в соответствии с запросом потребителя, проведения поверки в сокращенном объеме с использованием только одного блока детектирования (сцинтилляционный точечный детектор или линейный позиционно-чувствительный детектор) из состава дифрактометра. Сведения о блоке детектирования, который участвовал в процедуре поверки, вносятся в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

2.4 В государстве-участнике Соглашения о взаимном признании результатов испытаний с целью утверждения типа, метрологической аттестации, поверки и калибровки средств измерений (далее - Соглашение) возможно проведение поверки в сокращенном объеме, если национальным законодательством в области обеспечения единства измерений государства-участника Соглашения предусмотрена поверка в сокращенном объеме.

### 3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – 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. 8	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 °С до +35 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,5 °С. Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ±3 %.	Прибор комбинированный Testo 622, пер. № 53505-13
п.п. 10.1-10.4	Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) с аттестованными значениями параметров кристаллической решетки а и с. Расширенная неопределенность при P=0,95 (k=2) не должна превышать: 0,00001 нм для параметра а и 0,00005 нм для параметра с.	Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 (SRM 1976b) либо: ГСО 10440-2014 (SRM 1976b), ГСО 11420-2019 (SRM 1976c), ГСО 11483-2020 (SRM 1976c), ГСО 9464-2009 (SRM-1976a).

3.2 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, стандартные образцы и средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

#### **4 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки**

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии», утвержденные приказом Минэнерго России от 12 августа 2022 г. № 811.

4.2 Должны соблюдаться «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» СП 2.6.1.2612-10 (ОСПОРБ 99/2010), «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 методику поверки и руководство по эксплуатации 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 + 35;
- относительная влажность воздуха, % .....от 10 до 80.

#### **7 Внешний осмотр дифрактометра**

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида дифрактометра сведениям, приведенным в описании типа;
- соответствие комплектности, указанной в паспорте;
- 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 руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

8.2 Убедиться в соответствии условий проведения поверки требованиям п.6 методики поверки.

8.3 Перед проведением поверки дифрактометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 60 минут.

8.4 В соответствии с руководством по эксплуатации провести юстировку всех рентгенооптических компонентов, детектора, убедиться в наличии связи между управляющим персональным компьютером (далее - ПК) и дифрактометром.

8.5 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки по п. 8 с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.8.1-8.4 и в процессе проверок по

п. 8.4 на мониторе ПК в окне программы DRON-8 Data collection не появилось сообщений об ошибках.

## 9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для идентификации программного обеспечения (далее – ПО) дифрактометра необходимо:

- включить дифрактометр;
- запустить рабочую программу дифрактометра согласно РЭ;
- открыть меню “Справка”, активировать подменю “О программе”;
- считать наименование и номер версии ПО.

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение				
	DRON-8 Data collection	dron8-ml	motor driver	preobrazovatel_napryazeni	usilitel-discriminator
Идентификационное наименование ПО	DRON-8 Data collection	dron8-ml	motor driver	preobrazovatel_napryazeni	usilitel-discriminator
Номер версии (идентификационный номер) ПО	0.1.0.X	0.2.3-Y	0.0.Z	0.0.W	0.0.V
Цифровой идентификатор метрологически значимого файла ПО	0x5802C37D (файл DataCol.exe для версии 0.1.0.7)	0x7B5FFC30 (для версии 0.2.3-1)	0xBB (для версии 0.0.1)	0x6C (для версии 0.0.1)	0xA2 (для версии 0.0.1)
Алгоритм расчета цифрового идентификатора	CRC32	CRC-32	CRC-8	CRC-8	CRC-8

Примечание - Номера версий записываются в виде метрологически значимых (неизменяемых) частей ПО, указанных в виде цифрового обозначения в начале номеров версий, и последующим рядом цифр, которые описывают модификации ПО:

- 0.1.0.X (ПО DRON-8 Data collection),
- 0.2.3-Y (ПО dron8-ml),
- 0.0.Z (ПО motor driver),
- 0.0.W (preobrazovatel\_napryazeni),
- 0.0.V (usilitel-discriminator),

где X, Y, Z, W, V - не являются метрологически значимыми, описывают модификации ПО и могут принимать значения от 1 до 100.

## 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия дифрактометра метрологическим требованиям

### 10.1 Проверка диапазона измерений углов дифракции 2θ

10.1.1 Установить в держатель образца в соответствии с РЭ (часть 1), стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 (SRM 1976b).

10.1.2 Перед проведением измерений вывести образец на ось гониометра в соответствии с п. 11.6.2.2 РЭ (часть 1). Установить диафрагмы, щели Соллера и бета-фильтр в щелевые устройства на первичном и дифрагированном пучке в зависимости от комплек-

тации дифрактометра параболическим зеркалом, сцинтилляционным точечным детектором или линейным позиционно-чувствительным детектором, а также убедиться, что установлен высоковольтный режим с параметрами 40 кВ, 30 мА (см. таблицу 5).

10.1.3 Измерения проводить при следующих условиях, указанных в таблице 5.

Таблица 5 - Условия проведения измерений для проверки диапазона измерений углов дифракции

Наименование параметра	Значение параметра при использовании блока детектирования	
	сцинтилляционный точечный детектор	линейный позиционно-чувствительный детектор
Рентгеновская трубка	Cu / Co анод	
Метод измерения	$\theta_F - \theta_D$	
Метод сканирования	непрерывный	дискретный
Ток анода рентгеновской трубки, мА	30	
Напряжение анода рентгеновской трубки, кВ	40	
Размеры щелей на первичном пучке: экваториальная щель, мм аксиальная щель, мм экваториальная щель, мм: - при наличии параболического зеркала - без параболического зеркала	0,5 10,0 0,25 1,0	
Размеры щелей на дифрагированном пучке: экваториальная (антирассеивающая) щель, мм экваториальная щель, мм регулируемая аксиальная щель, мм	2,0 0,1 10,0	- - -
Расходимость щели Соллера: - на первичном пучке - на дифрагированном пучке	1,5° 1,5°	1,5° 2,5°
Интервал сканирования $2\theta$	от +1° до +150°	от 0° до +140°
Шаг сканирования	0,02°	0,2°
Скорость сканирования, °/мин	5	-
Экспозиция в точке, с	-	1
$\beta$ -фильтр - при наличии параболического зеркала - без зеркала	- Ni / Fe	
Число сканирований, раз	1	
Окно, шт.	-	300
Вращение образца	обязательно	

10.1.4. В Главном окне программы DRON-8 Data collection выполнить команду Файл/Новый (поз. 1 рисунок 1а) и задать условия эксперимента в соответствии с таблицей 5:

- 1) выбрать метод измерения (поз. 2 на рисунке 1а);
- 2) выбрать тип сканирования (поз. 3 на рисунке 1а);
- 3) при помощи кнопки «Добавить интервал» (поз. 4 на рисунке 1а) 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;

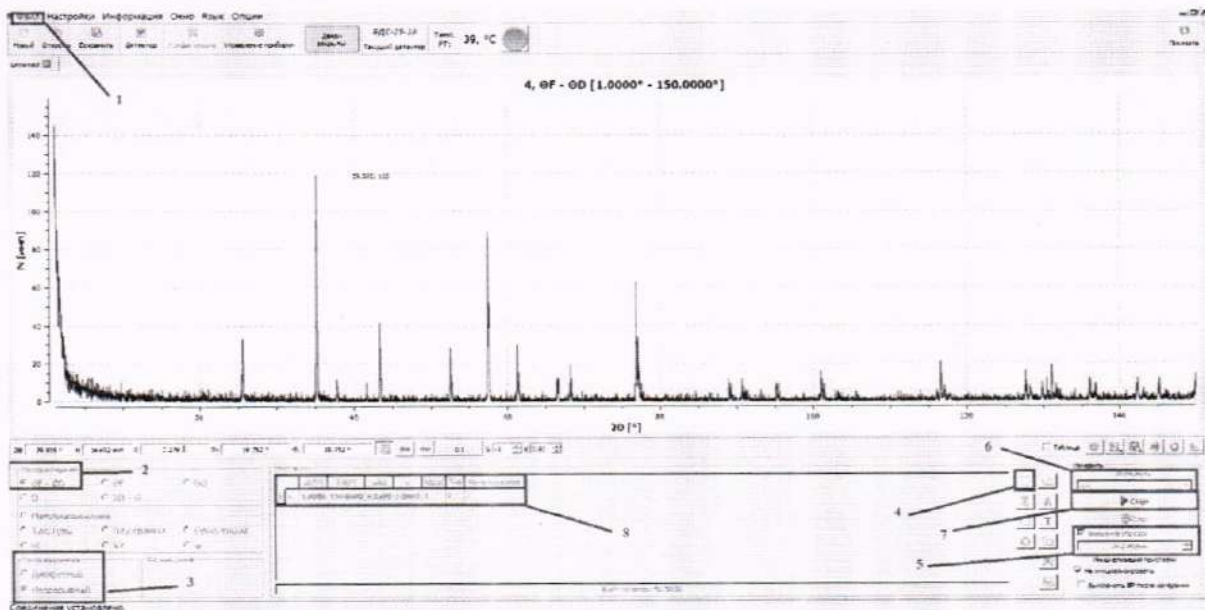
- для непрерывного типа сканирования задать начальный и конечный углы сканиро-

вания, шаг сканирования (в градусах) и скорость сканирования (градус/мин);

4) задать вращение образца (поз. 5 на рисунке 1а) 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 1а) выбрать «Все» (установлено по умолчанию) при наличии только одной строки в таблице «Интервалы» (поз. 8 на рисунке 1а) либо отметить требуемый для измерения интервал из таблицы «Интервалы», а из выпадающего списка на панели «Измерить» выбрать «Выбранные»;

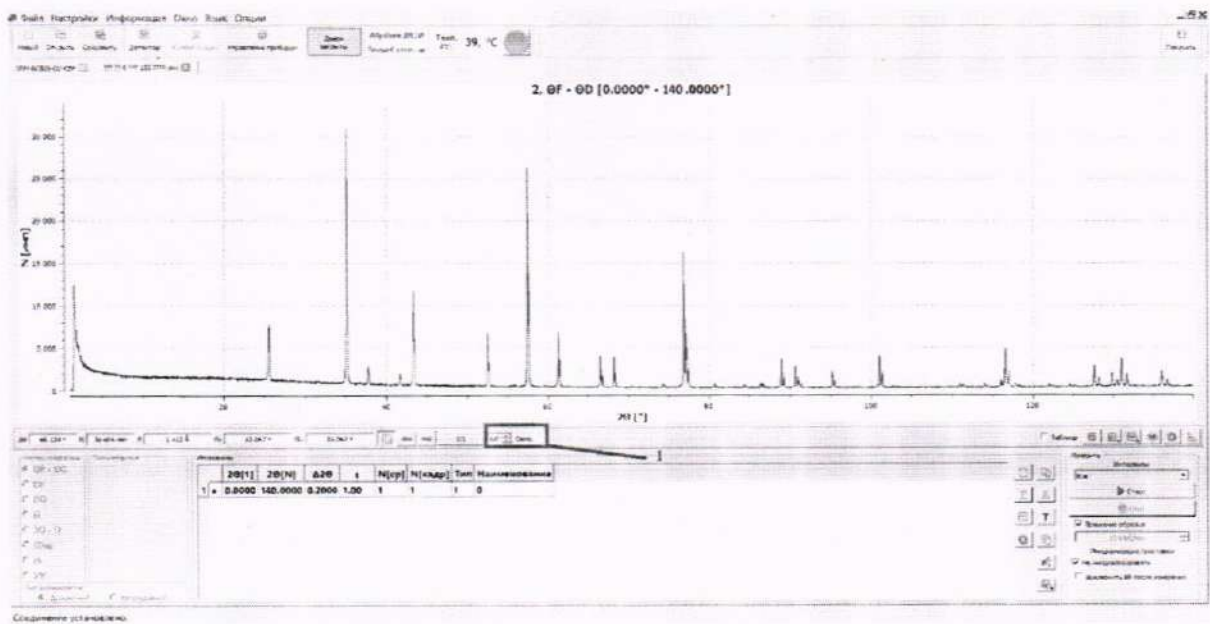
6) нажать на кнопку «Старт» для начала измерений (поз. 7 на рисунке 1а);



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 1а - Главное окно программы DRON-8 Data collection при измерении сцинтиляционным точечным детектором

7) для линейного позиционно-чувствительного детектора установить значение 300 в панели «Окно» (рисунок 1б).



1 – панель «Окно»

Рисунок 16 - Главное окно программы DRON-8 Data collection при измерении линейным позиционно-чувствительным детектором

10.1.5 Убедиться в регистрации дифрактограммы в диапазоне углов  $2\theta$ :

- от  $+1^\circ$  до  $+150^\circ$  для блока детектирования – сцинтилляционного точечного детектора;
- от  $+1^\circ$  до  $+140^\circ$  для блока детектирования – линейного позиционно-чувствительного детектора.

**10.2 Определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов**

10.2.1. Измерения проводят при помощи программной опции «Калибровка по стандарту» во вкладке «Другие функции» окна «Управление прибором» программы DRON-8 Data collection в соответствии с РЭ (часть 1) и руководством оператора «Программное обеспечение DRON-8 Data collection для управления и сбора данных». Установить следующие диафрагмы в зависимости от конфигурации дифрактометра (таблица 6).

Таблица 6 - Условия коллимации пучка

Наименование параметра	Значение параметра при использовании блока детектирования	
	сцинтилляционный точечный детектор	линейный позиционно-чувствительный детектор
Размеры щелей на первичном пучке:		
экваториальная щель, мм		1,0
аксиальная щель, мм		10,0
экваториальная щель, мм:		
- при наличии параболического зеркала		0,25
- без параболического зеркала		2,0
Размеры щелей на дифрагированном пучке:		
экваториальная (антирассеивающая) щель, мм	2,0	-
экваториальная щель, мм	0,1	-
регулируемая аксиальная щель, мм	10,0	-
Расходимость щели Соллера:		
- на первичном пучке	1,5°	1,5°
- на дифрагированном пучке	1,5°	2,5°

10.2.2. В соответствии с п. 11.6.2.2 РЭ (часть 1) до начала измерения вывести стандартный образец на ось гониометра.

10.2.3. С помощью программной функции «Калибровка по стандарту» ПО «DRON-8 Data collection» в соответствии с п. 11.9 РЭ (часть 1) провести калибровку по стандартному образцу. Для этого загрузить шаблон для  $Al_2O_3$ , содержащий 12 рефлексов. 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  $150^\circ$  (для сцинтилляционного точечного детектора) /  $140^\circ$  (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.

10.2.4. Программа в автоматическом режиме выполнит серию  $\theta_F-\theta_D$  сканирований в указанных диапазонах, аппроксимирует измеренные рефлексы, определит их угловые положения для  $Ka_1$ -линии, рассчитает отклонения от табличных значений и по этим данным построит калибровочную кривую. Применить полученную калибровку в случае, если точки кривой имеют разброс менее  $\pm 0,05^\circ$ .

10.2.5. Перейти в режим «Проверка», загрузить шаблон для  $Al_2O_3$ , содержащий 12 рефлексов. 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  $150^\circ$  (для сцинтилляционного точечного детектора) /  $140^\circ$  (для линейного позиционно-чувствительного детектора) для выбранной длины волны. Запустить измерение.

Программа автоматически определяет абсолютную погрешность измерений угла  $2\theta$  для индекса ( $hkl$ ), которая рассчитывается по формуле:

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

где  $2\theta(hkl)_{изм}$  - измеренное значение угла  $2\theta$ ,

$2\theta(hkl)_{пасп}$  - паспортное значение угла  $2\theta$ , приведенное в таблице 7.

Таблица 7 – Паспортные значения угловых положений максимумов рефлексов для стандартного образца ГСО 10475-2014 ( $Ka_1$  линия излучения) и различных материалов анода рентгеновской трубки.

Угловые положения максимумов $2\theta$ Cu(Co) $Ka_1$ $^{ГСО}$ *	Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, $hkl$ )		
	$h$	$k$	$l$
25,575° (29,787°)	0	1	2
35,147° (41,050°)	1	0	4
43,351° (50,796°)	1	1	3
57,495° (67,904°)	1	1	6
61,297° (72,593°)	0	1	8
68,207° (81,248°)	3	0	0
88,989° (108,946°)	0	2	10
101,066° (127,394°)	2	1	10
127,699° (-)	1	3	10
136,063° (-)	1	4	6
142,292°** (-)	1	1	15

\* Используются сведения, приведенные в паспорте на стандартный образец (при их наличии в паспорте). В том случае, если в паспорте на стандартный образец приведены только значения параметров кристаллической решетки ( $a$ ) и ( $c$ ), угловое положение дифракционного максимума вычисляется в соответствии указаниями, приведенными в приложении А к настоящей методике поверки.

\*\* Не применяется для линейного позиционно-чувствительного детектора

10.2.6 За абсолютную погрешность  $\Delta$  измерений угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне для каждого типа детектора принимают наибольшее по абсолютной величине значение из числа рассчитанных по формуле (1).

### 10.3 Определение абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки

10.3.1. Определение абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки осуществляется при помощи программной функции «Расчет ПЭЯ» программы «DRON-8 Data collection» во вкладке «Калибровка по стандарту». Для перехода к расчету необходимо нажать на кнопку «Окно ПЭЯ».

10.3.2. 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 6). Для этого необходимо выбрать из выпадающего списка то исполнение стандартного образца (SRM-1976a, SRM-1976b или SRM-1976c), для которого проводили измерения.

10.3.3 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  $\Delta a$  и  $\Delta c$ . Результаты выводятся на дисплей монитора.

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

10.4.1 Проверку проводить в программной опции «Расчет погрешности измерений» (см. раздел 11.10 РЭ, часть 1) при многократном измерении рефлекса 104 (см. таблицу 7) от стандартного образца. Коллимация пучка должна соответствовать таблице 8.

Таблица 8 – Условия коллимации пучка

Наименование параметра	Значение параметра	
	сцинтилляционный точечный детектор	линейный позиционно-чувствительный детектор
Размеры щелей на первичном пучке:		
экваториальная щель, мм		1,0
аксиальная щель, мм		10,0
экваториальная щель, мм:		
- при наличии параболического зеркала		0,25
- без параболического зеркала		2,0
Размеры щелей на дифрагированном пучке:		
- экваториальная (антирассеивающая) щель, мм	2,0	-
- экваториальная щель, мм	0,1	-
- регулируемая аксиальная щель, мм	10,0	-
Щель Соллера расходимостью, градус		
- на первичном пучке	1,5	1,5
- на дифрагированном пучке	1,5	2,5

10.4.2 Проводится 1 серия из 10 измерений.

Измерения проводятся без вращения образца в автоматическом режиме путем  $\theta_F$ - $\theta_D$  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 и приемную щель перед детектором 0,25 мм, задать шаг сканирования  $0,02^\circ$ . 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  $2\theta$  ( $Srj(2\theta_{\text{эксп}})$ );

- ОСКО случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий ( $Srj(I_{\text{макс}})$ ).

10.4.3 СКО случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу  $2\theta$  рассчитывается по формуле:

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

где  $(2\theta)_{cp}$  – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения (104);  $(2\theta)_i$  – значение углового положения пика (104) по результатам измерений с номером  $i$ .

10.4.4 ОСКО случайной составляющей погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов рассчитывается по формуле:

$$S_{\text{отн}} = \frac{100\%}{I_{cp}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - I_{cp})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где  $I_i$  – измеренное значение интенсивности отражения для измерения с номером  $i$ ;  $I_{cp}$  – среднее значение для числа измерений  $n = 10$ .

## 10.5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.5.1 Результаты проверки диапазона измерений углов дифракции  $2\theta$  считать положительными, если выполнены требования п.10.1.5.

10.5.2. Результаты определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов считать положительными, если значение  $\Delta$ , определенное по п. 10.2.6, находится внутри интервала  $\pm 0,01^\circ$ .

10.5.3 Результаты определения абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки считать положительными, если для значений  $\Delta a$  и  $\Delta c$ , определенных по п.10.3.3, выполнены требования:  $|\Delta a| \leq 0,0001$  нм и  $|\Delta c| \leq 0,0010$  нм.

10.5.4 Результаты определения СКО случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу  $2\theta$  и ОСКО случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий считать положительными, если для значений СКО, определенных по формуле (2), и значений  $S_{\text{отн}}$ , определенных по формуле (3), выполнены требования:

- $CKO \leq 0,002^\circ$  с блоком детектирования: сцинтилляционный точечный детектор;
- $CKO \leq 0,001^\circ$  с блоком детектирования: линейный позиционно-чувствительный детектор;
- $S_{\text{отн}} \leq 2\%$ .

## 11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.п.10.1-10.4 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.5 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Сведения о результатах поверки с указанием блоков детектирования, которые участвовали в процедуре 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.

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



В.Б. Митюхляев

## Приложение А

### Расчет углового положения дифракционного максимума

Для кристаллов гексагональной сингонии, к которой относится материал СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия), значение межплоскостного расстояния  $d$  определяется из формулы:

$$\frac{1}{d} = \sqrt{\frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}}, \quad (\text{A.1})$$

где  $a$  и  $c$  – параметры кристаллической решетки, указанные в паспорте на применяемый ГСО (таблица 3);

$h, k, l$  – индексы Миллера.

Угол дифракции  $2\theta$  далее рассчитывается из полученного значения межплоскостного расстояния  $d$  по формуле Брэгга-Вульфа:

$$\sin\theta = \lambda/2d, \quad (\text{A.2})$$

где  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения ( $K_{\alpha 1}$  – излучение), определяемая материалом анода рентгеновской трубки.

Для ГСО 9464-2009 (SRM-1976a)

Параметр кристаллической решетки	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение
a	нм	0,4758877
c		1,2992877

Угловые положения дифракционных максимумов  $2\theta$  составляют:

№п/п	Материал анода	Длина волны ( $\lambda_{CuK\alpha 1}$ ), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума
			h	k	l	
1	Медь (Cu)	0,15405929	0	1	2	25,576°
2			1	0	4	35,149°
3			1	1	3	43,354°
4			1	1	6	57,498°
5			0	1	8	61,299°
6			3	0	0	68,211°
7			0	2	10	88,994°
8			2	1	10	101,072°
9			1	3	10	127,680°
10			1	4	6	136,078°
11			1	1	15	142,305°

№п/п	Материал анода	Длина волны ( $\lambda_{CoK\alpha 1}$ ), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума
			h	k	l	
1	Кобальт (Co)	0,17889962	0	1	2	29,788°
2			1	0	4	41,052°
3			1	1	3	50,799°
4			1	1	6	67,908°
5			0	1	8	72,596°
6			3	0	0	81,253°
7			0	2	10	108,953°
8			2	1	10	127,404°

Для ГСО 10440-2014 (SRM-1976b), ГСО 10475-2014 (SRM-1976b)

Параметр кристаллической решетки	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение
a	нм	0,4759137
c		1,299337

Угловые положения дифракционных максимумов  $2\theta$  составляют:

№п/п	Материал анода	Длина волны ( $\lambda_{CuK\alpha 1}$ ), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума
			h	k	l	
1	Медь (Cu)	0,15405929	0	1	2	25,575°
2			1	0	4	35,147°
3			1	1	3	43,351°
4			1	1	6	57,495°
5			0	1	8	61,297°
6			3	0	0	68,207°
7			0	2	10	88,989°
8			2	1	10	101,066°
9			1	3	10	127,669°
10			1	4	6	136,063°
11			1	1	15	142,292°

№п/п	Материал анода	Длина волны ( $\lambda_{CoK\alpha 1}$ ), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума
			h	k	l	
1	Кобальт (Co)	0,17889962	0	1	2	29,787°
2			1	0	4	41,050°
3			1	1	3	50,796°
4			1	1	6	67,904°
5			0	1	8	72,593°
6			3	0	0	81,248°
7			0	2	10	108,946°
8			2	1	10	127,394°

Для ГСО 11420-2019 (SRM 1976с), ГСО 11483-2020 (SRM 1976с)

Параметр кристаллической решетки	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение
а	нм	0,4759092
с		1,299337

Угловые положения дифракционных максимумов  $2\theta$

№п/п	Материал анода	Длина волны ( $\lambda_{CuK\alpha 1}$ ), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума
			h	k	l	
1	Медь (Cu)	0,15405929	0	1	2	25,575°
2			1	0	4	35,148°
3			1	1	3	43,351°
4			1	1	6	57,495°
5			0	1	8	61,297°
6			3	0	0	68,207°
7			0	2	10	88,989°
8			2	1	10	101,066°
9			1	3	10	127,670°
10			1	4	6	136,066°
11			1	1	15	142,292°

№п/п	Материал анода	Длина волны ( $\lambda_{CoK\alpha 1}$ ), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума
			h	k	l	
1	Кобальт (Co)	0,17889962	0	1	2	29,787°
2			1	0	4	41,050°
3			1	1	3	50,797°
4			1	1	6	67,905°
5			0	1	8	72,593°
6			3	0	0	81,249°
7			0	2	10	108,947°
8			2	1	10	127,395°