

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
А.Н. Пронин  
МП.  
" 12 " 08 2019 г.

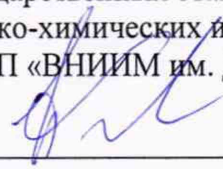
Государственная система обеспечения единства измерений

Дифрактометры настольные рентгеновские  
Дифрей-401к

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-0312-2019

Заместитель руководителя 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  
2019 г.

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на дифрактометры настольные рентгеновские Дифрей-401к (далее – дифрактометры), изготавливаемые АО «Научные приборы», Россия. Дифрактометры подлежат первичной поверке до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверке в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 2 года.

## 2. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1- Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта настоящей методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр.	7.1	да	да
Опробование	7.2	да	да
Подтверждение соответствия ПО	7.3	да	да
Определение метрологических характеристик	7.4	да	да
Определение диапазона измерений углов дифракции $2\theta$	7.4.1	да	да
Определение среднеквадратического отклонения (СКО) при измерении углового положения дифракционного максимума $2\theta$	7.4.2	да	да
Определение абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки $\Delta a$ и $\Delta c$	7.4.3	да	да

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

2.3. Не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

## 3. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики или номер
1	ГСО 10475-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b)	<p>Параметры кристаллической решетки:  <math>a=0,4759137</math> нм, расширенная неопределенность при <math>P=0,95</math> (<math>k=2</math>) <math>0,0000080</math> нм; <math>c=1,299337</math> нм, расширенная неопределенность при <math>P=0,95</math> (<math>k=2</math>) <math>0,000015</math> нм.</p> <p>Относительная интенсивность дифракционных максимумов от 8,17 до 87,79 %; расширенная неопределенность при <math>P=0,95</math> (<math>k=2</math>) от 0,07 до 0,63 %</p>
2	Термогигрометр электронный CENTER, № в Федеральном информационном фонде 22129-09	<p>Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности <math>\pm 3</math> %. Диапазон измерений температуры от <math>-20</math> до <math>+60</math> °С; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности <math>\pm 0,8</math> °С.</p>

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик дифрактометра с требуемой точностью.

3.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы, - действующие паспорта.

#### **4. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

4.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации дифрактометров настольных рентгеновских Дифрей-401к.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации дифрактометров настольных рентгеновских Дифрей-401к, методику поверки МП-242-0312-2019, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4.3. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего дифрактометр, или сервис-инженера (под контролем поверителя).

#### **5. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

5.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность при температуре +25 °С, % не более 80

#### **6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

6.1. Подготовку дифрактометра настольного рентгеновского Дифрей-401к к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации дифрактометров настольных рентгеновских Дифрей-401к.

6.2. Если дифрактометр и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в п. 5, то их следует выдержать при этих условиях не менее часа или времени, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый дифрактометр и средства поверки.

#### **7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

##### **7.1 Внешний осмотр**

7.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- 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.

7.1.2. Дифрактометр настольный рентгеновский Дифрей-401к считается прошедшим поверку по п. 7.1, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

## 7.2 Опробование

Опробование дифрактометра настольного рентгеновского Дифрей-401к заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя ПО Difract и загрузке ПО Difract.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на мониторе ПК после загрузки ПО Difract не появляется сообщений об ошибках.

## 7.3 Подтверждение соответствия ПО

### 7.3.1. Определение идентификационных данных ПО Difract.

В главном меню окна каждого модуля ПО Difract (Difract Съемка, Difract Обработка, Difract База, Difract Анализ) открыть раздел «Помощь» (Help), в раскрывающемся списке выбрать подменю «О программе». В открывшемся окне приведены наименования модулей ПО Difract (Difract Съемка, Difract Обработка, Difract База, Difract Анализ), номер версии соответствующего модуля ПО Difract. Примеры окон идентификации наименования и номера версии пмодулей ПО Difract приведены на рисунке 1.



Рисунок 1. Окна с идентификационным наименованием и номером версии ПО Difract.

Проверка цифрового идентификатора (контрольной суммы) метрологически значимой части программного обеспечения Difract осуществляется методом хеширования MD5 (<http://ru.wikipedia.org/wiki/MD5>).

Для расчета контрольной суммы необходимо зайти в папку с установленным программным обеспечением (обычно это C:\Program Files\Difract), и запустить файл hash.cmd

Рассчитанные значения будут выведены последовательно на экран, для каждого исполняемого модуля. Примеры окон идентификации цифрового идентификатора (контрольной

суммы) метрологически значимой части программного обеспечения Diffract (Diffract Съёмка, Diffract Обработка, Diffract База, Diffract Анализ) приведены на рисунке 2.

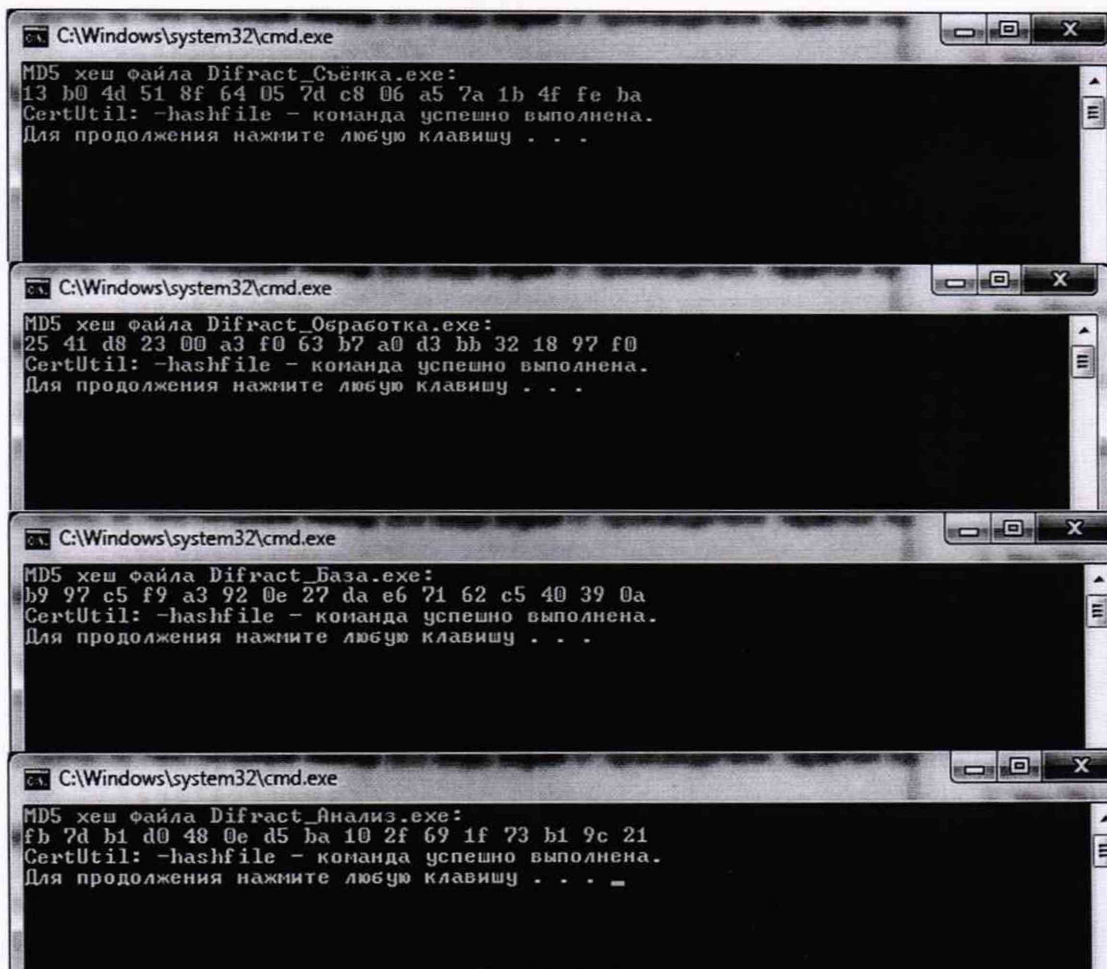


Рисунок 2. Окна с идентификацией контрольной суммы метрологически значимой части ПО Diffract.

7.3.2. Дифрактометр настольный рентгеновский Дифрей-401к считается выдержавшим проверку по п. 7.3, если версия каждого модуля ПО Diffract не ниже 2019-01-01, полная версия и цифровой идентификатор каждого модуля ПО Diffract совпадают с указанными в паспорте на проверяемый прибор.

#### 7.4. Определение метрологических характеристик

##### 7.4.1. Определение диапазона измерений углов дифракции $2\theta$ .

7.4.1.1. Для проведения измерений по пункту 7.4.1 применяют ГСО 10475-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

7.4.1.2. Проверка полного диапазона измерений углов дифракции производится следующим образом:

- подготовить дифрактометр к работе в соответствии с Руководством пользователя ПО Diffract (далее РП);
- установить в прибор образец дифракционных свойств кристаллической решетки, указанный в п. 7.4.1.1;
- для получения первого фрагмента дифракционной картины при малых углах дифракции вывести детектор в крайнее нижнее положение (20 градусов), рентгеновскую трубку установить в положение 2,5 градуса. На первичном пучке установить щель минимального размера (0,1 мм), а на дифрагированном пучке – экран. Загрузить соответствующий угловому положению трубка/детектор калибровочный файл и провести съёмку образца;

– для получения фрагментов дифракционной картины для средних углов дифракции необходимо выполнить ряд измерений с установкой рентгеновской трубки и детектора на одинаковые углы, например, 20-20, 30-30, 40-40, 50-50 градусов, размер щели от 0,4 до 0,8 мм. Каждый раз при изменении углового положения рентгеновской трубки и детектора, перед проведением измерения, необходимо загружать соответствующий этому угловому положению калибровочный файл;

– для получения фрагмента дифракционной картины при максимальных углах дифракции необходимо демонтировать видеокамеру, установить детектор и рентгеновскую трубку в крайние положения (70 и 60 градусов соответственно), загрузить калибровочный файл для данных угловых положений и произвести съемку образца;

– загрузить фрагменты измеренных дифрактограмм в программе «Diffract-Обработка», произвести «сшивку» фрагментов в соответствии с РП и убедиться в наличии спектра в интервале от 0 до 154 градусов  $2\theta$ .

7.4.1.3. Дифрактометр настольный рентгеновский Дифрей-401к считается выдержавшим проверку по п. 7.4.1, если диапазон измерений углов дифракции в наблюдаемом спектре соответствует интервалу от 0 до 154 градусов  $2\theta$ , и при этом допустимое отклонение в измерении значений углов на границах данного интервала не превышает 0,5 градуса.

7.4.2. Определение среднеквадратического отклонения (СКО) при измерении углового положения дифракционного максимума  $2\theta$ .

7.4.2.1. Для проведения измерений по пункту 7.4.2 применяют ГСО 10475-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

7.4.2.2. Измерения по п. 7.4.2 выполняется следующим образом:

– в программе «Diffract-Съемка» согласно РП выполнить измерение образца дифракционных свойств кристаллической решетки, указанного в п. 7.4.1.1 в одном угловом диапазоне в течение времени, достаточном для получения дифракционного максимума с интенсивностью не менее 1000 импульсов;

– повторить регистрацию дифракционной картины выбранного интервала при тех же условиях не менее 5 раз;

– определить для каждого измерения угловое положение  $2\theta_{\text{измер}}$  одного и того же дифракционного максимума;

– найти среднее значение углового положения этого максимума

$$2\bar{\theta}_{\text{измер}} = \frac{1}{5} \sum 2\theta_{\text{измер}}; \quad (1)$$

– рассчитать СКО угловых положений дифракционных максимумов по формуле

$$\text{СКО} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (2\theta_{\text{измер}} - 2\bar{\theta}_{\text{измер}})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где  $n$  – объём выборки.

7.4.2.3. Дифрактометр настольный рентгеновский Дифрей-401к считается выдержавшим проверку по п. 7.4.2, если СКО не превышает 0,02 градуса.

7.4.3. Определение абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки  $\Delta a$  и  $\Delta c$

7.4.3.1. Для проведения измерений по пункту 7.4.3 применяют ГСО 10475-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

7.4.3.2. Проверку проводить в следующем порядке:

– полученные в соответствии с п. 7.4.2.2 настоящей МП дифракционные картины образца дифракционных свойств кристаллической решетки открыть в программе «Diffract-База»;

- рассчитать параметры кристаллической решетки по положению дифракционных максимумов согласно пункту «Расчет параметров элементарной ячейки кристаллов» РП;
- перевести рассчитанные значения параметров кристаллической решетки в единицы измерения, которые указаны в паспорте на стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки;
- рассчитать абсолютные погрешности измерения параметров кристаллической решетки по формулам

$$\Delta a = a_{\text{ГСО}} - a_{\text{ИЗМ}} \quad \text{и} \quad \Delta c = c_{\text{ГСО}} - c_{\text{ИЗМ}}, \quad (3)$$

где  $a_{\text{ГСО}}$  и  $c_{\text{ГСО}}$  – параметры решетки, указанные в паспорте на стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки, нм;

$a_{\text{ИЗМ}}$  и  $c_{\text{ИЗМ}}$  – параметры кристаллической решетки, измеренные дифрактометром, нм.

7.4.3.3. Дифрактометр считают выдержавшим испытание, если абсолютные погрешности измерения параметров кристаллической решетки  $\Delta a$  и  $\Delta c$  не превышают  $\pm 0,0012$  нм и  $\pm 0,003$  нм соответственно.

## 8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ.

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

8.2. Дифрактометр настольный рентгеновский Дифрей-401к, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными, и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

8.3. Дифрактометр настольный рентгеновский Дифрей-401к, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

8.4. Знак поверки наносится на боковую панель дифрактометра и (или) на свидетельство о поверке.