

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии**

**УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –  
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ  
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»**

**(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)**

**Согласовано**

Директор УНИИМ –  
филиала ФГУП «ВНИИМ  
им. Д.И.Менделеева»



\_\_\_\_\_  
Е.П. Собина

\_\_\_\_\_  
2023 г.

**«ГСИ. Дифрактометры рентгеновские ЕММА.**

**Методика поверки»**

**МП 39-251-2023**

**Екатеринбург**

**2023**

## ПРЕДИСЛОВИЕ

1. **РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

2. **ИСПОЛНИТЕЛЬ:** зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Е.В. ВострокнUTOва.

3. **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2023 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ .....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ .....	4
4	ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ .....	5
6	МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ .....	5
7	ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ ..	6
8	ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ .....	6
9	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ .....	6
10	ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ .....	6
11	ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ .....	7
12	ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ.....	7
13	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	9

Дата введения в действие:

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские ЕММА (далее – дифрактометры), выпускаемые фирмой «GBC Scientific Equipment Pty Ltd.», Австралия. Дифрактометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка дифрактометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость обеспечивается путем применения стандартного образца, аттестованные значения которого прослеживаются к единице международной системе единиц (СИ) – метру, посредством применения стандартных образцов SRM 660c и SRM 676a Национального института стандартов и технологий (NIST), США.

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки дифрактометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений углов дифракции $2\theta$ , °	от 0 до 160
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов $2\theta$ , °	$\pm 0,05$

## 2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

## 3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки дифрактометров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае, невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, дифрактометр признают непригодным к применению.

#### 4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

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

#### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке дифрактометров допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на дифрактометры и настоящую методику поверки.

#### 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	- Средство измерений температуры и относительной влажности: диапазон измерений температуры от +15 °С до +25 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 3,0$ %;	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. №22129-09
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	- Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976с), аттестованное значение параметра кристаллической решетки $a$ 0,4759092 нм, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,0000080$ нм, аттестованное значение параметра кристаллической решетки $c$ 1,299337 нм, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,000015$ нм	ГСО 11420-2019

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа и поверены, стандартные образцы должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых дифрактометров с требуемой точностью.

## **7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки**

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

## **8 Внешний осмотр средства измерений**

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений дифрактометров;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

## **9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

9.1 Контроль условий поверки

9.1.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3. Результаты измерений температуры окружающей среды и относительной влажности должны соответствовать условиям п. 4 настоящей методики поверки.

9.2 Подготовка дифрактометра

9.2.1 Дифрактометр готовят в соответствии с РЭ. При необходимости перед проведением поверки должна быть проведена настройка дифрактометра в соответствии с РЭ.

9.3 Опробование

9.3.1 При опробовании проводят проверку работоспособности органов управления и регулировки дифрактометра в соответствии с РЭ.

## **10 Проверка программного обеспечения**

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) дифрактометра. При запуске ПО (Visual XRD, XRD TRACES) на небольшом начальном экране выводится наименование и номер версии ПО.

ПО дифрактометра должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	Visual XRD	XRD TRACES
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.036	не ниже 6.7.27
Цифровой идентификатор ПО	-	

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

### 11.1 Проверка диапазона измерений углов дифракции $2\theta$

Для проверки диапазона углов дифракции  $2\theta$  используют стандартный образец по п. 6.1 настоящей методики поверки.

Стандартный образец помещают в кювету для образцов (стандартный образец должен быть вровень с краями кюветы), устанавливают диапазон съемки дифрактограммы по углу  $2\theta$  от 0 до  $160^\circ$ . Задают шаг сканирования  $0,02^\circ$  по углу  $2\theta$ , скорость сканирования  $6^\circ/\text{мин}$ . При помощи ПО проводят съемку дифрактограммы. Диапазон записанной дифрактограммы по углу  $2\theta$  должен соответствовать диапазону от 0 до  $160^\circ$ .

### 11.2 Проверка абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов $2\theta$

Для проверки абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов  $2\theta$  используют стандартный образец по п. 6.1 настоящей методики поверки.

Стандартный образец помещают в кювету для образцов (стандартный образец должен быть вровень с краями кюветы), устанавливают диапазон съемки дифрактограммы по углу  $2\theta$  от 0 до  $60^\circ$ . Задают шаг сканирования  $0,02^\circ$  по углу  $2\theta$ , скорость сканирования  $6^\circ/\text{мин}$ . Проводят съемку дифрактограммы стандартного образца не менее трех раз.

С помощью ПО дифрактометра на каждой дифрактограмме измеряют угловые положения дифракционных максимумов ( $2\theta_{ij}$ , °) для отражающих атомных плоскостей с индексами Миллера (1.0.4), (1.1.3), (1.1.6)<sup>1</sup>.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают значение углового положения дифракционного максимума  $2\theta$  для  $i$ -ой отражающей атомной плоскости в стандартном образце согласно условию Вульфа-Брегга<sup>2</sup>

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

где  $m$  – порядок дифракционного максимума (принимается равным 1);

$\lambda$  – длина волны излучения рентгеновской трубки, нм (с анодом из меди  $\lambda=0,154059$  нм, с анодом из кобальта  $\lambda=0,178900$  нм, с анодом из хрома  $\lambda=0,228973$  нм, с анодом из железа  $\lambda=0,193604$  нм);

$\pi=3,14159$ ;

$d_i$  – межплоскостное расстояние, нм, рассчитанное для  $i$ -ой отражающей атомной плоскости по параметрам кристаллической решетки, указанным в паспорте стандартного образца<sup>3</sup>, по формуле

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

<sup>1</sup> При использовании других аналогичных стандартных образцов допускается использование отражающих атомных плоскостей с другими индексами Миллера; рекомендуется выбирать на дифрактограмме самые высокие угловые положения дифракционных максимумов  $2\theta$  для отражающих атомных плоскостей с индексами Миллера.

<sup>2</sup> Рассчитанные значения угловых положений дифракционных максимумов для отражающих атомных плоскостей ГСО 11420-2019 приведены в Приложении А настоящей методики поверки.

<sup>3</sup> Приведенная формула (2) применима для расчета межплоскостного расстояния в ГСО 11420-2019, имеющим тригональную сингонию кристаллической решетки (оксид алюминия). При использовании других стандартных образцов необходимо использовать формулы, соответствующие сингонии материала применяемого стандартного образца.

где  $h, k, l$  – индексы Миллера  $i$ -ой кристаллографической плоскости: (1.0.4), (1.1.3), (1.1.6);  
 $a, c$  – аттестованные значения параметров кристаллической решетки стандартного образца, нм.

12.2 Рассчитывают значения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов  $2\theta$  для  $i$ -ой отражающей атомной плоскости для каждого  $j$ -го результата измерения угловых положений дифракционных максимумов  $2\theta$  по формуле

$$\Delta_{ij} = 2\theta_{ij} - 2\theta_{COi} \quad (3)$$

где  $2\theta_{ij}$  –  $j$ -ый результат измерения углового положения дифракционного максимума  $2\theta$  для  $i$ -ой отражающей атомной плоскости, °;

$j = 1, \dots, n$  – количество измерений угловых положений дифракционных максимумов  $2\theta$ ;

$2\theta_{COi}$  – значение углового положения дифракционного максимума  $2\theta$  для  $i$ -ой отражающей атомной плоскости, рассчитанное по формуле (1), °.

12.5 Полученные значения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов  $2\theta$  должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

### 13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на дифрактометры не предусмотрено. Пломбирование дифрактометров не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки дифрактометр признают непригодным к применению.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

13.6 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Вострокнутова Е.В.



**ПРИЛОЖЕНИЕ А**

(справочное)

**Значения угловых положений дифракционных максимумов  $2\theta$  для отражающих атомных плоскостей ГСО 11420-2019**

Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, hkl)			Угловое положение дифракционного максимума $2\theta_i, ^\circ$			
			$\lambda=0,15406$ нм	$\lambda=0,17890$ нм	$\lambda=0,22862$ нм	$\lambda=0,19353$ нм
h	k	l	анод из меди	анод из кобальта	анод из хрома	анод из железа
0	1	2	25,575	29,787	38,412	32,299
1	0	4	35,147	41,050	53,327	44,597
1	1	0	37,776	44,161	57,518	48,009
0	0	6	41,673	48,794	63,831	53,104
1	1	3	43,352	50,797	66,591	55,312
0	2	4	52,549	61,867	82,283	67,600
1	1	6	57,495	67,905	91,258	74,372
0	1	8	61,297	72,593	98,515	79,676
2	1	4	66,515	79,112	109,190	87,129
3	0	0	68,207	81,249	112,886	89,597
1	0	10	76,866	92,411	134,995	102,733
1	1	9	77,229	92,889	136,110	103,306
0	2	10	88,989	108,947	-	123,463
0	0	12	90,699	111,403	-	126,764
2	2	6	95,243	118,146	-	136,351
2	1	10	101,066	127,396	-	151,931
3	2	4	116,093	160,319	-	-
0	1	14	116,588	162,180	-	-
1	3	10	127,669	-	-	-
3	0	12	129,862	-	-	-
2	0	14	131,083	-	-	-
1	4	6	136,065	-	-	-
1	1	15	142,292	-	-	-
4	0	10	145,154	-	-	-
1	2	14	150,081	-	-	-
1	0	16	150,379	-	-	-
3	3	0	152,405	-	-	-