



**АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»**

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

«23» сентября 2020 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские
SmartLab**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 20/30-2020**

Москва
2020

СОДЕРЖАНИЕ

1. Область применения	3
2. Операции поверки.....	3
3. Средства поверки.....	4
4. Требования безопасности.....	4
5. Требования к квалификации поверителей.....	4
6. Условия поверки и подготовка к ней.....	4
8. Проведение поверки.....	4
9. Оформление результатов поверки.....	9

1. Область применения

Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские SmartLab (далее – дифрактометры), изготовленные фирмой Rigaku Corporation, Япония, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Дифрактометры выпускаются в модификациях SmartLab XE и SmartLab SE.

Настоящая методика разработана в соответствии с РМГ 51-2002 «Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения».

Интервал между поверками - 1 год.

2. Операции поверки

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			Первичной поверке	Периодической поверке
1	Внешний осмотр. Проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения	8.1.	Да	Да
2	Проверка работоспособности дифрактометра.	8.2.	Да	Да
3	Определение диапазона углов сканирования для регистрации дифрагированного (рассеянного) рентгеновского излучения 2θ , град.	8.3.1.	Да	Да
4	Определение абсолютной погрешности измерений межугловых позиций дифракционных линий по 2θ .	8.3.2.	Да	Да
5	Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по 2θ .	8.3.3.	Да	Да
6	Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) относительной погрешности определения интегральной интенсивности дифракционных линий по 2θ .	8.3.4.	Да	Да
7	Определение абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки	8.3.5.	Да	Да
8	Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения параметров кристаллической решетки	8.3.6.	Да	Да

3. Средства поверки

При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (кремний) ГСО 10828-2016.

Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. Процесс проведения поверки относится к вредным условиям труда.

4.2. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в техническом описании на приборы.

4.3. Должны соблюдаться "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г., "Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений" ОСП-72/87.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1. К проведению поверки допускаются лица:

- знающие основы рентгеноструктурного анализа и имеющие опыт работы с рентгеноструктурными средствами измерений;
- изучившие техническое описание поверяемого дифрактометра и его методику поверки;
- инженеры-наладчики, сертифицированные изготовителем оборудования (Ригау Корпорейшн);
- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителей для данного вида измерений.

6. Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +15 до +25
- скорость изменения температуры не более град/час0,5
- атмосферное давление, кПа.....от 90,6 до 104,8
- относительная влажность воздуха не более, %.....70
- напряжение питания от однофазной сети переменного тока частотой 50/60 Гц, В....от 210 до 250
- напряжение питания от трехфазной сети переменного тока частотой 50/60 Гц, В....от 345 до 410.

6.2 Убедиться, что в дифрактометре установлена рентгеновская трубка с медным анодом. В противном случае установить указанную рентгеновскую трубку.

6.3 Перед проведением настройки и измерений по поверке дифрактометр следует прогреть в рабочем режиме в течение не менее 30 минут.

6.4 В соответствии с руководством по эксплуатации провести юстировку всех оптических компонент, стандартной приставки или приставки вращения пробы, детектора.

7. Проведение поверки

7.1. Внешний осмотр. Проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения

7.1.1. Проводится проверка на соответствие технической документации (требованиям фирмы-изготовителя установки), комплектности, маркировке, упаковке, требованиям безопасности, опробование. Осматривают поверяемый рентгеновский дифрактометр, убеждаются в исправности

заземления, отсутствии механических повреждений, наличии защитной заслонки на окне рентгеновской трубки.

7.1.2. Результаты внешнего осмотра и проверку комплектности дифрактометра считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1.1.

7.1.3. Для идентификации программного обеспечения (ПО) прибора необходимо:

- В окне программы выполнения измерений к дифрактометру SmartLab считать номер версии программного обеспечения.

- Определить Цифровой идентификатор ПО (контрольную сумму исполняемого кода)

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки по п. 7.1. с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в Таблице 2 или в Сертификате завода-изготовителя на установленное ПО в случае использования обновленных версий.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Модификация дифрактометра	SmartLab SE	SmartLab XE
Идентификационное наименование ПО	SmartLab Guidance	SmartLab Studio
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.5.9.1	3.0.4.476
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	78322D4A13F8CD2 68C21E5C2AF7F9270	D16EF5AAA03DFC DA79CA74751F5C359A
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5	MD5

7.2. Проверка работоспособности дифрактометра

7.2.1. В соответствии с инструкцией по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и дифрактометром.

7.2.2. Убедиться в возможности управления напряжением и током рентгеновской трубки помощью управляющей программы.

7.2.3. Убедиться в возможности сканирования по углу θ в диапазоне от 0 до 70 градусов и по углу 2θ в диапазоне от 0 до 140 градусов.

7.2.4. Прибор считается прошедшим операцию поверки по п. 7.2. с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.7.2.1-7.2.3.

7.3. Определение метрологических характеристик

7.3.1. Определение диапазона углов сканирования 2θ для регистрации дифрагированного (рассеянного) рентгеновского излучения

7.3.1.1. На столик образцов гониометра установить стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (кремний) ГСО 10828-2016.

7.3.1.2. Вывести рентгеновский генератор в рабочий режим напряжения и тока рентгеновской трубки (вращающегося анода).

7.3.1.3. Установить следующую конфигурацию дифрактометра:

- геометрия Брэгга-Брентано;
- первичные щели Соллера: стандартные из комплекта поставки (2.5 или 5.0°);
- первичная щель, ограничивающая ширину рентгеновского пучка: 1/4°;
- первичная щель, ограничивающая высоту рентгеновского пучка: 10 мм;
- приемная щель №1: 1/4° или открытая (open)
- приемная щель №2: 0.15мм или открытая (open)

- при использовании открытых приемных щелей установить ограничитель прямого рентгеновского пучка и/или аттенуатор

- приемные щели Соллера: стандартные из комплекта поставки (2.5 или 5.0°)

7.3.1.4. Произвести юстировку образца по высоте в автоматическом режиме.

7.3.1.5. Провести сканирование на диапазоне углов $\theta/2\theta$ со следующими рекомендованными параметрами:

- $2\theta_{\min}$: минимальный начальный угол, разрешенный управляющим ПО дифрактометра,

- $2\theta_{\max}$: максимальный конечный угол, разрешенный управляющим ПО дифрактометра,

- шаг сканирования: 0.01°

- скорость сканирования: 10°/мин

7.3.1.6. Первичным результатом измерений является файл с дифракционной картиной, записываемой в цифровом текстовом формате. Для минимизации возможного эффекта влияния прямого рентгеновского пучка на изображение дифрактограммы рекомендуется отображать значения интенсивностей в логарифмической шкале.

Прибор считается прошедшим операцию поверки по п. 7.3.1. с положительным результатом, если зарегистрированный диапазон углов сканирования равен или шире диапазона, указанного в таблице 3.

Таблица 3 - Диапазон углов сканирования

Диапазон углов сканирования 2θ , градусов	
- с аттенуатором	от 0 до +160
- без аттенуатора	от +2 до +160

7.3.2. Определение абсолютной погрешности измерений межугловых позиций дифракционных линий по 2θ

7.3.2.1. Установить следующую конфигурацию дифрактометра:

- геометрия Брэгга-Брентано, схема регистрации 0D или 1D;

- первичные щели Соллера: стандартные из комплекта поставки (2.5 или 5.0°);

- первичная щель, ограничивающая ширину рентгеновского пучка: 1/2°;

- первичная щель, ограничивающая высоту рентгеновского пучка: 10 мм;

- приемная щель №1: 1/2°(0D) или открытая (1D)

- приемная щель №2: 0.15мм (0D) или открытая (1D)

- приемные щели Соллера: стандартные из комплекта поставки (2,5 или 5,0°)

7.3.2.2. В режиме непрерывного сканирования $\theta/2\theta$ получить предварительную дифрактограмму ГСО 10828-2016 (кремний) в диапазоне углов от 60 до 145° (2θ) с шагом 0.01° и скоростью сканирования 20 - 50°/мин. Определить интенсивность самого слабого дифракционного пика (Si (400), $2\theta \sim 69.07^\circ$). Подобрать скорость сканирования, обеспечивающую интенсивность на пике на уровне не менее 1000 импульсов.

Провести повторное сканирование с подобранной скоростью на диапазоне углов от 20 до 145° (2θ) с шагом регистрации 0.01° десять раз с записью дифракционных данных в отдельные файлы.

7.3.2.3. Используя программное обеспечение дифрактометра, после вычета фона и $K\alpha_2$ спектра методом «FWHM» определить угловые положения максимумов рефлексов по углу 2θ для индексов отражения Si (111), (220), (311), (400), (331), (422), (333), (440), (531), (620), (533). Определить их средние значения по результатам 10 сканирований.

7.3.2.4. Определить значение межугловых позиций брэгговских отражений (220) и (440) по

формуле

$$\Delta(2\theta)_{изм} = (2\theta)_{(440)} - (2\theta)_{(220)}$$

где $(2\theta)_{(440)}$ и $(2\theta)_{(220)}$ - средние значения (по результатам 10 сканирований по п.7.3.2.3) угловых положений максимумов рефлексов по углу 2θ для индексов отражения Si (440) и (220) соответственно.

7.3.2.5. Определить абсолютную погрешность измерений межугловых позиций дифракционных линий по формуле

$$\Delta(2\theta) = (2\theta)_{изм} - (2\theta)_{пасп}$$

где $(2\theta)_{пасп}$ - паспортное значение межугловых позиций брэгговских отражений (220) и (440).

Прибор считается прошедшим операцию поверки по п. 7.3.2. с положительным результатом, если выполнено условие

$$|\Delta(2\theta)| \leq 0,05^\circ$$

7.3.3. Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по 2θ

7.3.3.1. На основании данных, полученных в соответствии с п. 7.3.2.3. определить угловое положение в градусах максимума рефлекса для индекса отражения Si (311).

В случае использования другого образца, отличного от ГСО 10828-2016, подобрать дифракционный пик с относительной интенсивностью не менее 25% от максимальной, не имеющий наложений от пиков примесных фаз.

7.3.3.2. Определяют среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по 2θ по формуле:

$$СКО = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [(2\theta)_i - (2\theta)_{ср}]^2}{n - 1}}$$

где $(2\theta)_{ср}$ – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения $(2\theta)_i$ по результатам n измерений.

Прибор считается прошедшим операцию поверки по п. 7.3.3. с положительным результатом, если выполнено условие

$$СКО \leq 0,001^\circ$$

7.3.4 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) относительной погрешности определения интегральной интенсивности дифракционных линий

7.3.4.1. На основании данных, полученных в соответствии с п. 7.3.2.3. определить интегральную интенсивность рефлекса для индекса отражения Si (311).

В случае использования другого образца, отличного от ГСО 10828-2016, подобрать дифракционный пик с относительной интенсивностью не менее 25% от максимальной, не имеющий наложений от пиков примесных фаз.

7.3.4.2. Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) относительной погрешности определения интегральной интенсивности дифракционных линий по формуле:

$$CKO = \frac{100\%}{\bar{I}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{I} - I)^2}{(n-1)}}$$

где n – число измерений.

Прибор считается прошедшим операцию поверки по п. 7.3.4. с положительным результатом, если выполнено условие:

$$CKO \leq 1,0\%.$$

7.3.5. Определение абсолютной погрешности определения параметров кристаллической решетки

7.3.5.1. Используя дифракционные данные, полученные по п. 7.3.2.2., а также полнопрофильный анализ методом Ритвельда из программного обеспечения дифрактометра, определить параметр кристаллической решетки a , выраженный в нм.

7.3.5.2. Рассчитать абсолютную погрешность определения параметра a кристаллической решетки по формуле

$$\varepsilon = 1.1 \cdot \sqrt{\Delta a^2 + \Delta a_{co}^2}$$

где Δa_{co} – абсолютная погрешность аттестованного значения, указанного в паспорте на ГСО при доверительной вероятности $P=0.95$,

$$\Delta a = \left| a_{\text{пасп}} - \frac{\sum_{i=1}^n a_{\text{изм}}}{n} \right|,$$

$a_{\text{пасп}}$ – значение параметра a кристаллической решетки, указанное в паспорте на ГСО,

$a_{\text{изм}}$ – измеренное значение параметра a кристаллической решетки, выраженное в нм.

Прибор считается прошедшим операцию поверки по п. 7.3.5. с положительным результатом, если выполнено условие

$$\varepsilon \leq 0,00005 \text{ нм}$$

7.3.6. Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения параметров кристаллической решетки

7.3.6.1. Используя дифракционные данные, полученные по п. 7.3.2.2., а также полнопрофильный анализ методом Ритвельда из программного обеспечения дифрактометра, определить параметр кристаллической решетки a_i (в нм) для каждого измерения.

7.3.6.2. Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения параметров кристаллической решетки по формуле:

$$CKO = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (a_i - \bar{a})^2}{n-1}}$$

где

$$\bar{a} = \frac{\sum_{i=1}^n a_i}{n}$$

n – общее количество измерений.

Прибор считается прошедшим операцию поверки по п. 7.3.6. с положительным результатом, если выполнено условие:

$$CKO \leq 0,00001 \text{ нм}$$

8. Оформление результатов поверки

8.1. Результаты поверки оформляются протоколом, который хранится в организации, проводившей поверку.

8.2. Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и дифрактометр в соответствии с рисунком, приведенным в Описании типа.

8.3. При отрицательных результатах поверки дифрактометр запрещают к применению в целях обеспечения единства измерений и выдают извещение о непригодности с указанием причин по установленной форме.

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



В.Б. Митюхляев