

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора  
ФГУП «ВНИИОФИ»



М.П.

Н. П. Муравская

« 10 »

февраля

2016 г.

**Государственная система обеспечения единства измерений**

**Дифрактометры рентгеновские**

**D8 ADVANCE**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 007.Д4-16**

*и р. 64305-16*

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

« 10 »

февраля

2016 г.

Москва 2016

## СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ .....	3
2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	3
4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ.....	4
7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ .....	4
8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ .....	5
8.1 Внешний осмотр .....	5
8.2 Идентификация ПО .....	5
8.3 Опробование.....	5
8.4 Определение метрологических характеристик. ....	6
8.4.1 Определение диапазона измерения углов дифракции $2\Theta$ .....	6
8.4.2 Определение абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки.....	6
9. Оформление результатов поверки .....	7
Приложение А.....	8
Приложение Б .....	9

## 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские D8 ADVANCE (далее по тексту - дифрактометры), и устанавливает методы и средства их первичной и периодических поверок.

Дифрактометры предназначены для измерения параметров кристаллической решетки и исследования твердых образцов методом порошковой дифрактометрии.

Интервал между поверками - 2 года.

## 2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны выполняться операции в последовательности, указанной в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность выполнения операции при:	
		Первичной поверке	Периодической поверке
1. Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2. Идентификация ПО	8.2	Да	Да
3. Опробование	8.3	Да	Да
4. Определение диапазона измерения углов дифракции $2\Theta$	8.4.1	Да	Да
5. Определение абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки	8.4.2	Да	Да

2.2 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

2.3 Поверка дифрактометра прекращается в случае получения отрицательного результата при проведении хотя бы одной из операций, дифрактометр признают не прошедшим поверку.

## 3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 Рекомендуемые средства поверки указаны в таблице 2.

3.2 Средства поверки должны иметь действующие паспорта, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта (раздела) методики поверки	Наименование средства измерения или вспомогательного оборудования, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и основные технические характеристики
п. 8.4.1, п.8.4.2	СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b) (ГСО 10475-2014). Метрологические характеристики приведены в приложении А данной методики

3.3 Допускается применение других средств поверки Российского или иностранного производства, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики и допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

#### **4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ**

4.1 Лица, допускаемые к проведению поверки, должны изучить устройство и принцип работы дифрактометра по эксплуатационной документации.

#### **5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

5.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, определенные в руководстве пользователя.

5.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности согласно ГОСТ 12.3.019-80 «Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности».

#### **6. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ**

6.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие условия:

- температура окружающего воздуха -  $(20 \pm 5)$  °С;
- атмосферное давление -  $(100 \pm 4)$  кПа;
- относительная влажность -  $(65 \pm 15)$  %.

#### **7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

7.1 Если дифрактометр и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в п. 6.1, то их следует выдержать при этих условиях не менее часа, или времени, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый дифрактометр и средства поверки.

7.2 Перед проведением поверки, средства поверки и дифрактометр подготовить к работе в соответствии с технической документацией на них, утвержденной в установленном порядке.

7.3 Запустить программное обеспечение COMMANDER

7.4 Вывести высоковольтный генератор в рабочий режим, согласно рекомендации производителя.

7.5 Ножевой коллиматор над образцом должен отсутствовать

7.6 Установить бэта-фильтр перед детектором

7.7 Диапазон съемки дифрактограммы по углу  $2\Theta$  установить в диапазоне от 20 до 130 градусов.

7.9 Время экспозиции установить 0,1 секунды на точку

7.10 Шаг по углу  $2\Theta$  установить менее 0,01 градуса.

## 8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности поверяемого дифрактометра технической документации;

- наличие маркировки на передней панели дифрактометра с указанием типа и серийного номера;

- отсутствие на дифрактометре механических повреждений, влияющих на работоспособность;

- наличие знака утверждения типа на передней панели корпуса дифрактометра.

Дифрактометр считается прошедшим операцию проверки с положительным результатом, если комплектность соответствует технической документации, имеется маркировка на передней панели дифрактометра с указанием типа и серийного номера, имеется знак утверждения типа на задней панели корпуса дифрактометра, на дифрактометре отсутствуют механические повреждения, влияющие на работоспособность

### 8.2 Идентификация ПО

8.2.1 Включить дифрактометр.

8.2.2 Запустить ПО COMMANDER

8.2.3 Выбрать меню Help – About

8.2.4 Запустить ПО TOPAS

8.2.5 Выбрать меню Help – About

8.2.6 Дифрактометр считается прошедшим операцию проверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные признаки ПО дифрактометра

Идентификационное наименование ПО	COMMANDER TOPAS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.0 и выше для COMMANDER 4.2 и выше для TOPAS
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	---
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	---

### 8.3 Опробование

Опробование заключается во включении дифрактометра и выполнении инициализации узлов в соответствии с руководством по эксплуатации.

Если дифрактометр постоянно включен, с целью сохранения стабильности параметров, допускается продолжение через инициализацию, минуя процесс выключения с повторным включением.

Дифрактометр считается прошедшим операцию проверки с положительным результатом, если все операции по включению и инициализации прошли успешно и без ошибок.

## **8.4 Определение метрологических характеристик.**

### **8.4.1 Определение диапазона измерения углов дифракции $2\Theta$**

8.4.1.1 Установить диапазон съемки дифрактограммы по углу  $2\Theta$  в интервале от 20 до 130 градусов.

8.4.1.2 Время экспозиции установить 0,1 секунды на точку.

8.4.1.3 Шаг по углу  $2\Theta$  установить менее 0,01 градуса.

8.4.1.4 Выполняют измерение ГСО 10475-2014 в программе COMMANDER

8.4.1.5 Дождаться завершения съемки дифрактограммы по углу  $2\Theta$ .

8.4.1.6 Просмотреть дифрактограмму в программе COMMANDER, убедиться в наличии пиков в интервале от 20 до 130 градусов.

8.4.1.7 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если диапазон съемки дифрактограммы по углу  $2\Theta$  соответствует интервалу от 20 до 130 градусов.

### **8.4.2 Определение абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки**

8.4.2.1 Выполнить измерение ГСО 10475-2014 в программе COMMANDER согласно пункта 7 методики поверки.

8.4.2.2 В программе COMMANDER необходимо сохранить дифрактограмму в формате «RAW».

8.4.2.3 По результатам измерений рассчитываются параметры кристаллической решетки. В программе TOPAS необходимо импортировать дифрактограмму в формате «RAW».

8.4.2.4 Определение параметров кристаллической решетки проводится в рамках полнопрофильного метода.

8.4.2.5 Записать значения измеренных на дифрактометре и указанных в паспорте параметров кристаллической решетки  $a_{изм}$  и  $c_{изм}$ .

8.4.2.6 Рассчитать абсолютную погрешность измерения параметра кристаллической решетки  $\Delta a$  по формуле:

$$\Delta a = a_{действ} - a_{изм}, \text{ нм} \quad (1)$$

где  $a_{действ}$  – параметр кристаллической решетки, указанный в паспорте на ГСО, нм  
 $a_{изм}$  – параметр кристаллической решетки, измеренный дифрактометром, нм

8.4.2.7 Рассчитать абсолютную погрешность измерения параметра кристаллической решетки  $\Delta c$  по формуле:

$$\Delta c = c_{действ} - c_{изм}, \text{ нм} \quad (2)$$

где  $c_{действ}$  – параметр кристаллической решетки, указанный в паспорте на ГСО, нм  
 $c_{изм}$  – параметр кристаллической решетки, измеренный дифрактометром, нм

8.4.2.8 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если абсолютная погрешность измерения параметров кристаллической решетки  $a$  и  $c$  не превышает  $\pm 0,0001$  нм и  $\pm 0,001$  нм, соответственно.

## 9. Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносятся в протокол (рекомендуемая форма протокола поверки – приложение Б методики поверки). Протокол может храниться на электронных носителях.

9.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в установленной форме в соответствии с приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. №1815.

9.3 При отрицательных результатах поверки, установка признается непригодной к применению и на нее выдается извещение и непригодности в соответствии с приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. №1815 с указанием причин непригодности.

Исполнители:

Начальник отдела  
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

Начальник сектора МО НК  
отдела испытаний и сертификации  
ФГУП «ВНИИОФИ»



Д.С. Крайнов

Инженер 2-ой категории сектора МО НК  
отдела испытаний и сертификации  
ФГУП «ВНИИОФИ»



А.С. Неумолотов

## Приложение А

Согласно паспорту стандартного образца утвержденного типа ГСО 10475-2014 образец обладает следующими характеристиками:

Таблица 2. Аттестованная характеристика – параметры элементарной решетки, выраженные в нанометрах.

Параметр кристаллической решетки	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение	Расширенная неопределенность ( $k=2$ )
a	нм	0,4759137	0,0000080
c		1,299337	0,000015



# ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки  
от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ года

Средство измерений: \_\_\_\_\_  
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков,

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» / )

Зав. № \_\_\_\_\_ №/№ \_\_\_\_\_  
Заводские номера блоков

Принадлежащее \_\_\_\_\_  
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки \_\_\_\_\_  
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов: \_\_\_\_\_  
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов: \_\_\_\_\_  
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Получены результаты поверки метрологических характеристик: \_\_\_\_\_  
(приводят данные: требования методики поверки / фактически получено при поверке)

Рекомендации \_\_\_\_\_  
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_ подписи, ФИО,  
должность