

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. Negroда

« 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 2Θ	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 2Θ	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 ± 5) °С;
- атмосферное давление - (100 ± 4) кПа;
- относительная влажность - (65 ± 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 2Θ установить в диапазоне от 20 до 130 градусов.

7.9 Время экспозиции установить 0,1 секунды на точку

7.10 Шаг по углу 2Θ 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 2Θ

8.4.1.1 Установить диапазон съемки дифрактограммы по углу 2Θ 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 2Θ 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 2Θ .

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 2Θ 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 Δa 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 Δc 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