


УТВЕРЖДАЮ
ВРИО генерального директора
АО «НИЦПВ»



 В.Д. Войтко

05 _____ 2017 г.

**Дифрактометр рентгеновский переносной
«Уран»**

Методика поверки

г. Москва
2017 г.

Настоящая методика распространяется на дифрактометр рентгеновский переносной «Уран», изготовленный ООО «ЭНЕРГО ПРИБОР», г. Москва и устанавливает содержание и методику его поверки.
Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 Операции поверки дифрактометра

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			В процессе эксплуатации	После ремонта
1	Внешний осмотр. Проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения	6.1	Да	Да
2	Проверка работоспособности дифрактометра. Определение мощности эквивалентной дозы рентгеновского излучения	6.2	Да	Да
3	Определение абсолютной погрешности измерений углов дифракции θ	6.3.1	Да	Да
4	Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) результатов измерений углов дифракции θ	6.3.2	Да	Да

При работе дифрактометра обеспечиваются безопасные условия труда оператора. При максимальных значениях мощности рентгеновской трубки мощность эквивалентной дозы рентгеновского излучения в любой доступной точке на расстоянии 10 см от элементов конструкции дифрактометра не превышает 1 мкЗв/ч.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны применяться следующие средства измерений:
- стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 (расширенная неопределенность параметров «а» и «с» кристаллической решетки 0,000029 нм и 0,000089 нм соответственно)
- Дозиметр рентгеновского излучения ДКР-АТ1103М.

Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность измерений, со свидетельствами о поверке с не истекшим сроком действия.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в техническом описании на установку для анализа состава монокристаллических плёнок.

3.2 При проведении поверки должны соблюдаться:

а) Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности СП 2.6.1.2612-10.

б) Нормы радиационной безопасности НРБ –99/2009, Санитарные правила и нормативы СанПиН 2.6.1.2523 – 09.

Дополнительные требования могут быть изложены в Инструкциях по технике безопасности для сотрудников предприятия, включая Инструкции по охране труда при работе на рентгеновских аппаратах (установках), Инструкцию по технике безопасности при работе с легковоспламеняющимися и огнеопасными жидкостями.

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

4.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы рентгеноструктурного анализа;
- имеющие опыт работы с установками для определения состава и свойств - дифрактометрическими средствами измерений, использующими коротковолновое излучение;
- изучившие техническое описание и Методику поверки поверяемой установки;
- допускаются к участию в измерениях операторы, имеющие опыт работы на установках для определения характеристик состава твёрдых веществ – установки рентгеновские и прошедшие обучение, сдавшие соответствующие экзамены по охране труда и технике безопасности

5. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °Сот +15 до +35;
- скорость изменения температуры не более °С /час.....0,5;
- атмосферное давление, кПа.....от 84 до 103;
- относительная влажность воздуха, %, не более.....80;
- напряжение питания от сети переменного тока частотой 50 Гц, В.....от 200 до 240.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения

6.1.1 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 внешних повреждений, наличии защитных заслонок на окнах рентгеновской трубки, исправности вентиляции.

6.1.2 Проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) проводят путем открытия на диске управляющего компьютера файла «Stress-U.exe», находящегося в директории C:\Program Files\Uran. В рабочем окне программы необходимо отобразить версию ПО. Версия ПО должна соответствовать данным, приведённым в таблице 2.

6.1.3 Используя алгоритм вычисления цифрового идентификатора (по ГОСТ Р 34.11-94), определить общую контрольную сумму файла «Stress-U.exe».

Результат поверки является положительным, если полученная контрольная сумма, идентификационное наименование и версия ПО соответствуют сведениям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Stress-U
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.1.1
Цифровой идентификатор ПО	2d1d766b120b9eefe4681ad3490df 2b3021636cb777acfff1880f992efa 96bb4

6.2 Проверка работоспособности дифрактометра. Определение мощности эквивалентной дозы рентгеновского излучения

6.2.1 Включают блок питания и управления с помощью кнопки «Сеть» и осуществляют прогрев в течение 20 мин. Осуществляют выход рентгеновской трубки (R-трубки) на режим с помощью управляющей программы Stress-U, следя за цифровыми значениями анодного тока и анодного напряжения R-трубки в соответствующих окнах программы. При выходе на рабочий режим R-трубки лампа-индикатор режима работы R-трубки на блоке питания и управления будет гореть непрерывно. Режим работы рентгеновской трубки выставляется автоматически и изменению оператором не подлежит.

6.2.2 Убеждаются в наличии набора дифрактограммы в соответствии с руководством по эксплуатации, для чего задают время экспозиции в секундах в окне программы и нажимают клавишу «Старт». В появившемся дополнительном окне нажимают кнопку «Продолжить». Остановка набора спектра осуществляется нажатием кнопки «Стоп».

6.2.3 В режиме набора дифрактограммы с помощью дозиметра рентгеновского излучения ДКР-АТ1103М измеряют значение мощности эквивалентной дозы рентгеновского излучения на расстоянии 10 см от элементов конструкции дифрактометра. Измеренное значение не должно превышать значение 1 мкЗв/ч.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение абсолютной погрешности измерений углов дифракции θ .

На держатель образцов устанавливают стандартный образец кристаллической решетки ГСО 10475-2014 таким образом, чтобы пятно от лазерного длинномера попадало в центр стандартного образца. Для используемой рентгеновской трубки с анодом из Sr выбираются линии согласно таблице 3:

Таблица 3 Параметры измерений для рентгеновской трубки с анодом Sr

Индекс отражения (hkl)	Позиция детектора	Время измерения, с
214	1	1000
300		
1010	2	600

Переставляют детектор в положение 1, совместив стрелку на детекторе с надписью «I» на несущей дуге гониометра в соответствии с руководством по эксплуатации и снимают дифрактограмму с экспозицией 1000 с. В этом положении детектора одновременно будут зафиксированы два отражения от индексов (214) и (300). По окончании набора детектор переставляют в положение 2, совместив стрелку на детекторе с надписью «II» на несущей дуге для регистрации отражений от индекса (1010), экспозиция 600 с.

При анализе используется дуплет $K_{\alpha 1} + K_{\alpha 2}$. Определение положения пика производится по линии $K_{\text{среднее}}$.

В программе Stress-U открывают соответствующий файл, записывают данные пиков ($\theta_{\text{изм.}}$ - положение пика) для каждого индекса отражения (214), (300), (1010).

Для каждого индекса (hkl) отражения (214), (300), (1010) определяют абсолютную погрешность измерений углового положения рефлекса по углу θ по формуле:

$$\Delta(hkl) = |\theta_{\text{изм.}} - \theta_{\text{справ.}}| \quad (1)$$

где $\theta_{\text{справ.}}$ - справочное значение угла θ для максимума соответствующего индекса отражения.

Определяют абсолютную погрешность измерений углов дифракции θ по формуле:

$$\Delta = \max[\Delta(hkl)] \quad (2)$$

где $\Delta(hkl)$ - абсолютная погрешность измерений углового положения для индексов отражения (214), (300), (1010), определяемая по (1).

Дифрактометр считается годным, если выполнено условие $\Delta \leq 0,1^\circ$.

6.3.2 Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) результатов измерений углов дифракции θ .

Устанавливают время измерения равное 1000 с для индекса отражения (214), (300) и измеряют угловое положение пика дифракционного отражения. Для индекса отражения (1010) время измерения задают равным 600 с и измеряют угловое положение пика дифракционного отражения. Повторяют указанные измерения 10 раз для каждого индекса отражения, каждый раз регистрируя угловое положение пика дифракционного отражения θ_i , где $i=1, 2, \dots, 10$ – номер измерения.

Определяют среднеквадратичное отклонение (СКО) результатов измерений углов дифракции θ по формуле:

$$\text{СКО} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} [\theta_i - \theta_{\text{ср}}]^2}{9}} \quad (3)$$

где $\theta_{\text{ср}}$ – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения θ_i по результатам 10 измерений.

Дифрактометр считается годным, если для каждого индекса отражения выполнено условие $\text{СКО} \leq 0,02^\circ$.

6.3.3 Справочные значения

Справочные значения измерений на рентгеновской трубке с анодом Cr (CrK α среднее: $\lambda = 0,22910$ нм) указаны в таблице 4

Таблица 4. Справочные значения измерений на рентгеновской трубке с анодом Cr

Индекс отражения (hkl)	Положение пика ($\theta_{\text{справ.}}$), град.
214	54,618
300	56,481
1010	67,599

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении), который хранится в организации, проводившей поверку.

7.2 Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство о поверке установленной формы.

7.3 При отрицательных результатах поверки процедуру поверки следует повторить. Если повторные результаты поверки окажутся неудовлетворительными, то прибор запрещают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Начальник отдела
АО «НИЦПВ»



В.Б. Митюхляев

**Приложение
(рекомендуемое)**

Форма протокола поверки дифрактометра

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № ____ (от _____)

1. Средство измерений: Дифрактометр рентгеновский переносной «Уран»

Принадлежит: ООО «ЭНЕРГО ПРИБОР» , Россия

2. Заводской номер 001

3. Предприятие изготовитель: ООО «ЭНЕРГО ПРИБОР», Россия

4. Условия поверки:

- время начала поверки _____ час. _____ мин.
- время окончания поверки _____ час. _____ мин.
- температура окружающего воздуха в начале поверки _____ °С;
- температура окружающего воздуха по окончании поверки _____ °С;
- относительная влажность воздуха _____ %;
- атмосферное давление _____ кПа
- напряжение питания сети _____ В;

5. Средства поверки:

- СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014.
- Дозиметр рентгеновского излучения ДКР-АТ1103М.

6 Операции поверки

6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения

Вывод: _____

6.2 Проверка работоспособности дифрактометра. Определение мощности эквивалентной дозы рентгеновского излучения

Вывод: _____

6.3 Определение метрологических характеристик

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Единица измерений.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Определение абсолютной погрешности измерений углов дифракции θ	6.3.1	градус	0,1		
Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) результатов измерений углов дифракции θ	6.3.2	градус	0,02		

Заключение: По результатам поверки дифрактометр рентгеновский переносной «Уран» заводской номер 001, изготовленный ООО «ЭНЕРГО ПРИБОР» признан **годным** (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель: _____
подпись

« _____ » _____ 20 г.

ФИО