

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»


Е.В. Мельниковских
« 21 » ~~12~~ 2018 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские D8 DISCOVER
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 76-251-2018**

г. Екатеринбург

2018 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1. РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2. ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаб. 251, к.х.н. Соби́на Е.П.
- 3. УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в сентябре 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Операции поверки.....	4
4	Средства поверки.....	4
5	Требования к квалификации поверителя.....	5
6	Требования безопасности.....	5
7	Условия поверки.....	5
8	Подготовка к поверке.....	5
9	Проведение поверки.....	5
9.1	Внешний осмотр.....	5
9.2	Опробование.....	5
9.3	Проверка метрологических характеристик.....	6
10	Оформление результатов поверки.....	6
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	7

Государственная система обеспечения единства измерений Дифрактометры рентгеновские D8 DISCOVER. Методика поверки	МП 76-251-2018
---	----------------

Дата введения в действие: «__» _____ 2018 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские D8 DISCOVER (далее – дифрактометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка дифрактометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

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 Минтруда России от 24.07.2013 г. №328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	9.3	-	-
3.1 Проверка диапазона углов дифракции 2θ	9.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки	9.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка дифрактометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, дифрактометр бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При поверке дифрактометра применяют следующие средства поверки:

– ГСО 10475-2014 Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b), аттестованное значение параметра кристаллической решетки a 0,4759137 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.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, а стандартный образец должен иметь действующий паспорт.

4.4 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых дифрактометров с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке дифрактометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на дифрактометр.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ дифрактометра.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25

- относительная влажность, %, не более 80

7.2 Дифрактометр должен быть установлен вдали от источников магнитных и электрических полей.

8 Подготовка к поверке

8.1 Дифрактометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Стандартный образец, используемый при поверке, подготовить согласно его паспорту; средства измерений, используемые при поверке, подготовить согласно их эксплуатационной документации.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений дифрактометра, влияющих на работоспособность;

- соответствие комплектности, указанной в РЭ;

- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить дифрактометр, провести инициализацию его модулей, проверить работоспособность органов управления и регулировки дифрактометра в соответствии с РЭ.

9.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО дифрактометра.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении дифрактометра, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. ПО должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Идентификационное наименование ПО	DIFFRAC.SUITE
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 4.0	не ниже 4.2
Цифровой идентификатор ПО	-	

9.3 Проверка метрологических характеристик

Проверку метрологических характеристик проводят при помощи стандартного образца и средств измерений по п. 4.

9.3.1 Проверка диапазона углов дифракции 2θ

Проверку диапазона углов дифракции 2θ проводят при помощи ГСО 10475-2014. Образец помещают в центр гониометра, устанавливают диапазон съемки дифрактограммы по углу 2θ в интервале от 20 до 130°. Задают время экспозиции и шаг по углу 2θ не менее 0,5 с на точку и не более 0,005°, соответственно. Проводят съемку дифрактограммы. При помощи программного обеспечения (далее – ПО) дифрактометров убеждаются в наличии сигнала в интервале от 20 до 130°.

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки, если диапазон съемки дифрактограммы по углу 2θ соответствует интервалу от 20 до 130°.

9.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки

Проводят обработку полученной по п. 9.3.1 дифрактограммы стандартного образца с расчетом параметров кристаллической решетки при помощи ПО дифрактометра. Рассчитывают абсолютную погрешность измерения параметров кристаллической решетки Δa , нм, и Δc , нм, по формулам:

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

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

где $a_{\text{ГСО}}$ – параметр кристаллической решетки, указанный в паспорте ГСО, нм (для ГСО 10475–2014 $a_{\text{ГСО}}=0,4759137$ нм, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,0000080$ нм);

$a_{\text{изм}}$ – параметр кристаллической решетки, измеренный дифрактометром, нм;

$c_{\text{ГСО}}$ – параметр кристаллической решетки, указанный в паспорте ГСО, нм (для ГСО 10475–2014 $c_{\text{ГСО}}=1,299337$ нм, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,000015$ нм);

$c_{\text{изм}}$ – параметр кристаллической решетки, измеренный дифрактометром, нм.

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

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель дифрактометра.

10.3 При отрицательных результатах поверки дифрактометр признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.  Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Дифрактометр рентгеновский D8 DISCOVER зав. № _____

Документ на поверку:

МП 76-251-2018 «ГСИ. Дифрактометры рентгеновские D8 DISCOVER»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °C _____
- относительная влажность, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А1 – Результаты проверки диапазона углов дифракции 2θ

№	Характеристика	Соответствует (+/-)
1	Диапазон углов дифракции 2θ	

Таблица А2 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки

ГСО	Параметр кристаллической решетки	Аттестованное значение параметра кристаллической решетки, нм	Результаты измерений параметра кристаллической решетки, нм	Абсолютная погрешность измерений параметра кристаллической решетки, нм	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений параметра кристаллической решетки, нм

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____