

**АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
(НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА)**

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

« 25 » 03 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Дифрактометр рентгеновский Ultima IV

**Методика поверки
МП 20/42-2021**

Москва
2021

СОДЕРЖАНИЕ

1. Общие положения	3
2. Перечень операции поверки средства измерений.....	3
3. Требования к условиям проведения поверки	4
4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	4
5. Метрологические и технические требования к средствам поверки...	4
6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	4
7. Внешний осмотр средства измерений.....	4
8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	9
9. Проверка программного обеспечения средства измерений.....	4
10. Определение метрологических характеристик средства измерений..	4
11. Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	4
12. Оформление результатов поверки.....	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометр рентгеновский Ultima IV серийный номер ED2927N (далее - дифрактометр) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок

1.2 Дифрактометр предназначен для измерений параметров кристаллической решетки на основе изучения количественного состава материала и последующего анализа углового распределения интенсивности рентгеновских лучей, дифрагированных на кристаллической решетке.

1.3 При проведении поверки измеряемые дифрактометром значения величин прослеживаются через изготовителя ГСО 10475-2014 (SRV 1976b) National Institute of Technology, USA к единицам международной системы единиц (СИ).

1.4 Поверка дифрактометров проводится методом непосредственного сличения с ГСО 10475-2014.

1.5 Интервал между поверками - 1 год.

2 Перечень операции поверки

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

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций	
			до ввода в эксплуатацию и после ремонта	в процессе эксплуатации
1	Внешний осмотр. Проверка комплектности. Опробование дифрактометра.	7.1	да	да
2	Идентификация программного обеспечения	7.2	да	да
3	Определение метрологических характеристик	7.3		
	Определение диапазона углов сканирования 2θ для регистрации дифрагированного (рассеянного) рентгеновского излучения, град.	7.3.1	да	да
4	Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	7.4		

	Определение абсолютной погрешности измерений межугловых позиций дифракционных линий по 2θ , градусов.	7.4.1	да	да
	Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по 2θ , градусов.	7.4.2	да	да
5	Оформление результатов поверки	7.5		

2.2 Операции поверки проводятся юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в установленном порядке.

2.3 Проведение поверки не в полном объеме, для меньшего числа поддиапазонов измерений и для меньшего числа измеряемых величин не предусмотрено.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от 20 до 25
- атмосферное давление, кПа.....94-106
- относительная влажность воздуха, % не более.....от 40 до 70
- напряжение питания от сети частотой 50 Гц, В.....180-220

4 Требования к квалификации поверителей

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы с дифрактометрами;
- изучившие Руководство по эксплуатации на дифрактометры, а также эксплуатационную документацию на средства поверки;
- прошедшие обучение и допущенные в установленном порядке к поверке СИ данного вида измерений.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяются следующие стандартные образцы и средства поверки:

№ п/п	Сведения о средствах поверки, метрологические и технические требования
1	Государственный стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 (SRM 1976b)
2	Прибор комбинированный Testo 622, регистрационный номер ФИФ № 53505-13

5.2 Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого дифрактометра с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Дифрактометры должны устанавливаться в лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-10 и ГОСТ 12.1.004-91

6.2 При проведении поверки дифрактометров необходимо соблюдать требования по электробезопасности, указанные в эксплуатационной документации.

6.3 Должны соблюдаться "Правила устройства электроустановок", утвержденные приказом Минэнерго РФ от 08.07.2002г., и "Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений" ОСП-72/87.

Проведение поверки

7. Внешний осмотр, проверка комплектности.

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации;
- надёжность крепления соединительных элементов;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики дифрактометра.

- наличие на дифрактометре заводского номера и товарного знака фирмы-изготовителя.
- наличие и исправность заземления.

8 Подготовка к поверке и опробование

8.1 Подготовку дифрактометра к работе провести в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

8.2 Перед проведением поверки дифрактометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 30 минут.

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

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

8.5 Убедиться в возможности переключения с помощью управляющей программы напряжений на рентгеновской трубке в диапазоне от 20 кВ до 40 кВ, токов рентгеновской трубки в диапазоне от 2 мА до 40 мА. Убедиться, что диапазон углов хода гониометра, от -3 до +160 градусов

8.6 Убедиться в возможности сканирования по углу 2θ в диапазоне от 2 до 155 градусов.

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

9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для идентификации программного обеспечения дифрактометра необходимо:

- включить прибор;
- запустить рабочую программу дифрактометра согласно руководству по эксплуатации; запустить программу выполнения измерений.
- прибор считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационное наименование ПО	Integral Intensity Calculation	Standard Measurement
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	6.0	1.2.0.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-	-

10 Определение метрологических характеристик

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений углов дифракции по 2θ градусов

10.1.1 На столик образцов гониометра установить закрепленный в установочный шаблон, изготовленный по размерам штатного калибровочного шаблона дифрактометра, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014.

10.1.2 Устанавливаем следующую конфигурацию дифрактометра:

- источник рентгеновского излучения (трубка): материал анода трубки - медь, фокусировка - линейный фокус;
- тип щели: моторизованная щель для метода Брегга- Брентано (185мм)
- первичные щели Соллера: 5 град.;
- монохроматор дифрагированного пучка

10.1.3 В программе Standart Measurement устанавливаем параметры:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 35 мА.
- оси сканирования: 2 Theta/ Theta
- щель расхождения падающего пучка: 0,5 градуса
- щель высоты падающего пучка: 10 мм.
- щель дифрагированного пучка: 0.5 градуса
- приемная щель детектора: 0.30 мм.

10.1.4 Произвести в автоматическом режиме операцию юстировки образца по высоте.

10.1.5 В режиме сканирования $\theta/2\theta$ произвести сканирование с параметрами, указанными в таблице 3.

Таблица 3 – Параметры сканирования

Индекс отражения (hkl)	Диапазон сканирования (2θ), град	Шаг сканирования (2θ), град	Время на шаг, с
012	25 - 26,2	0,005	2
116	56,8-58,2	0,01	2
0.1.14	115,8-117,2	0,01	10
146	135,2-136,7	0,02	10

10.1.6 Используя программное обеспечение Integral Intensity, методом «реак-тор» определить угловые положения максимумов рефлексов для индексов отражения (012), (116), (0.1.14), (146).

Провести пятикратные измерения каждого диапазона индексов отражения.

11 Подтверждение соответствия метрологическим требованиям

11.1 Определение абсолютной погрешности измерений межугловых позиций дифракционных линий по 2θ , градусов.

11.1.1 Рассчитать среднее арифметическое угловых положений дифракционных максимумом 2θ каждого диапазона индексов отражения

11.1.2 Сравнить полученные средние значения с паспортными, указанными в таблице 4:

Таблица 4 Паспортные значения угловых положений максимумов рефлексов для стандартного образца ГСО 10475-2014 и рентгеновской трубки с анодом Cu ($\text{CuK}\alpha 1$: $\lambda = 0.1540593$ нм)

Индекс отражения (hkl)	Угловое положение пика (2θ), град
012	25,575
116	57,495
0.1.14	116,588
146	136,063

11.1.3 Абсолютная погрешность измерений углов дифракции определяется как максимальное значение (по модулю) разности между средним значением углового положения пика и его паспортным значением по всем индексам отражения.

11.1.4 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если абсолютная погрешность измерений углов дифракции не превышает 0,04 град.

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

11.2.1. 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 имеющих наложений от пиков примесных фаз.

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

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

где $(2\theta)_{cp}$ – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения

$(2\theta)_i$ - значение углового положения пика по результатам n измерения.

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если среднеквадратичное отклонение случайной составляющей погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по 2θ , $СКО \leq 0,004^{\circ}$

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы, который хранится в организации, проводившей поверку.

12.2 Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативных актов федеральных органов исполнительной власти. Знак поверки наносится в виде наклейки или оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке дифрактометра.

12.3 При отрицательных результатах поверки дифрактометр запрещают к применению и выдают извещение о непригодности по установленной форме.

Главный метролог АО «НИЦПВ»



С.В. Бондарчук