

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»

Н. П. Муравская



М.П.

« 25 »

08

2015 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Дифрактометры рентгеновские

D2 PHASER

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 040.Д4-15

н.р. 62322 - 15

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода

« 25 »

08

2015 г.

Москва 2015

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 D2 PHASER (далее по тексту - дифрактометры), и устанавливает методы и средства их первичной и периодических поверок.

Дифрактометры предназначены для измерения параметров кристаллической решетки 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. Опробование	8.2	Да	Да
3. Идентификация ПО	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.

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 - (750 ± 30) мм рт.ст.;
- 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 Режим работы высоковольтного генератора установить на 30 кВ / 10 мА

7.4 Ножевой коллиматор над образцом должен отсутствовать

7.5 Установить бэ́та-фильтр перед детектором

7.6 Включить вращение образца со скоростью 30 оборотов / минуту.

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

- 7.8 Время экспозиции установить 0,3 секунды на точку
 7.9 Шаг по углу 2Θ установить менее 0,01 градуса.
 7.10 Запустить программное обеспечение DIFFRAC.COMMANDER

8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности поверяемого дифрактометра технической документации;
- наличие маркировки на задней панели дифрактометра с указанием типа и серийного номера;
- отсутствие на дифрактометре механических повреждений, влияющих на работоспособность;
- наличие знака утверждения типа на задней панели корпуса дифрактометра.

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если комплектность соответствует технической документации, имеется маркировка на задней 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 DIFFRAC.COMMANDER

8.2.3 Выбрать меню справка – о программе

8.2.4 Запустить ПО DIFFRAC.TOPAS

8.2.5 Выбрать меню справка – о программе

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

Таблица 3 – Идентификационные признаки ПО дифрактометра

Идентификационное наименование ПО	DIFFRAC.COMMANDER DIFFRAC.TOPAS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	4.0 и выше для DIFFRAC.COMMANDER 4.0 и выше для DIFFRAC.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 поверки 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 -3 до 145 градусов.

8.4.1.2. Время экспозиции установить 0,1 секунды на точку

8.4.1.3 Выполняют измерение ГСО 10475-2014 в программе DIFFRAC.COMMANDER

8.4.1.4 Дожидаются завершения съемки дифрактограммы по углу 2Θ .

8.4.1.5 Просматривают дифрактограмму в программе DIFFRAC.COMMANDER, убеждаются в наличии пиков в интервале от -3 до 145 градусов

8.4.1.6 Дифрактометр считается прошедшим операцию проверки с положительным результатом, если диапазон съемки дифрактограммы по углу 2Θ соответствует интервалу от -3 до 145 градусов.

8.4.2 Определение абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки

8.4.2.1 Выполняют измерение ГСО 10475-2014 в программе DIFFRAC.COMMANDER.

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

8.4.2.3 По результатам измерений рассчитываются параметры кристаллической решетки. В программе DIFFRAC.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 проверки 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 А методики поверки). Протокол может храниться на электронных носителях.

9.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в установленной форме.

9.3 При отрицательных результатах поверки, система признается непригодным к применению и на него выдается извещение и непригодности 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

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