



УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский


01.09.2016 г.

Дифрактометры рентгеновские

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-2015-2016

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2016

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские APD 2000 Pro, Explorer, Europe, AreX и StressX фирмы G.N.R. S.r.l., Италия и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1-Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			Первичная поверка	Периодическая поверка
1.	Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2.	Опробование	6.2	Да	Да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	Да	Да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.4	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть использованы следующие средства

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ, номер ГСО или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.4	Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия)	ГСО 10475-2014 или ГСО 10440-2014 или ГСО 9464-2009
2.	4.1	Барометр-анероид М-110 или аналогичный	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ)
3.	4.1	Термогигрометр электронный любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 % Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С.

Допускается использование других аналогичных средств поверки, допущенных к применению в РФ в установленном порядке, с характеристиками не хуже указанных.

Все средства измерений, используемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартный образец – паспорт с указанием срок годности.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и КВАЛИФИКАЦИЯ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации дифрактометров.

3.2. Требования к квалификации поверителей:

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие удостоверение поверителя и изучившие методику поверки поверяемого дифрактометра.

В процессе получения данных, необходимых для поверки, допускается участие специалистов/операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от 15 до 25
- атмосферное давление, кПа от 84 до 107
- относительная влажность воздуха, % от 15 до 80
- питание от сети переменного тока
 - напряжением, В от 209 до 231
 - частотой, Гц от 49 до 51

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Включить питание прибора.

5.2. Включить высокое напряжение.

5.3. Осуществить прогрев прибора (не менее 2 часов).

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений составных частей и корпуса дифрактометра;
- четкость маркировки.

6.2. Опробование

Опробование проводится в автоматическом режиме. Дифрактометр считается прошедшим опробование, если после включения питания он проходит все внутренние тесты с положительным результатом и на экране монитора появляется главное окно программы управления прибором.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1. При проверке соответствия программного обеспечения проводится проверка номера версии.

6.3.1.1. Для ПО «ModernSax Acquisition» (установлено в моделях APD 2000 Pro, Explorer и Europe) номер версии указан нижней части главного окна программы, приведенного на рисунке 1.

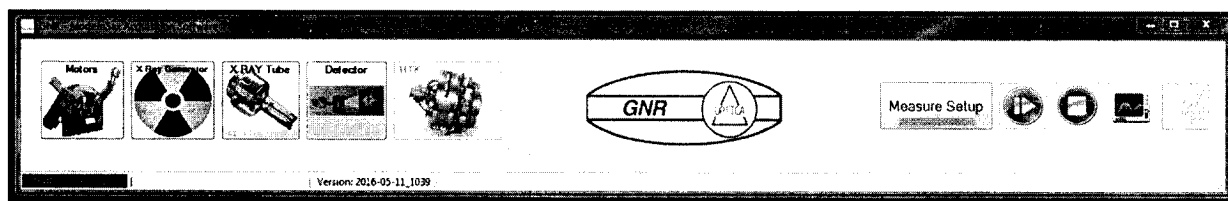


Рисунок 1 – Главное окно ПО «ModernSax Acquisition»

6.3.1.2. Для ПО «AUSTENITE» (установлено в модели AreX) номер версии указан в левом верхнем углу главного окна программы, приведенного на рисунке 2.

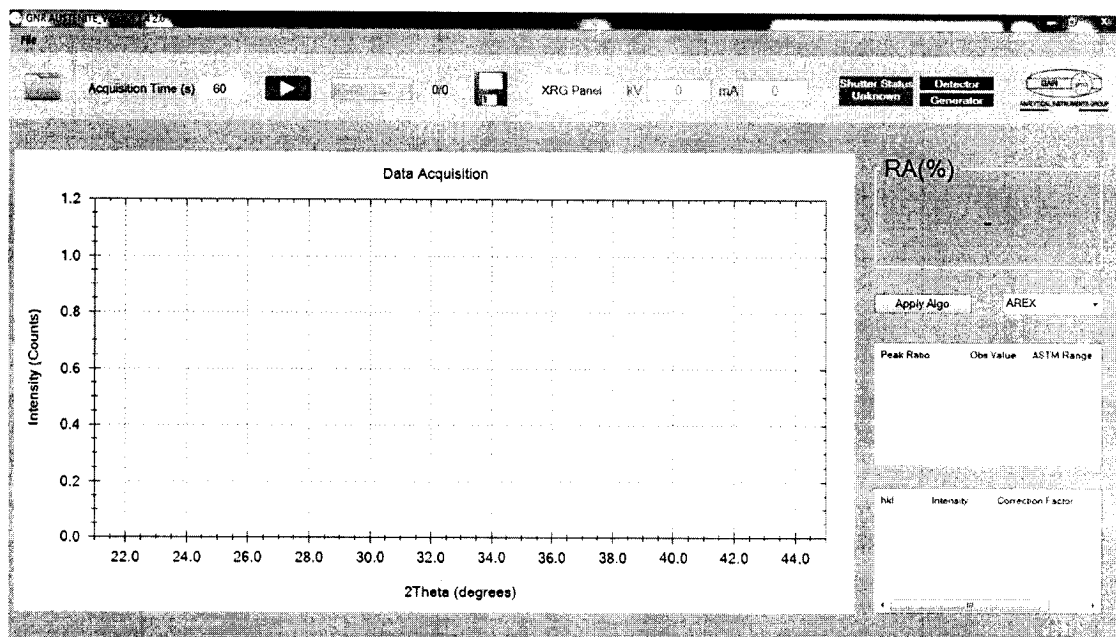


Рисунок 2 - Главное окно ПО «AUSTENITE»

6.3.1.3. Для ПО «StressX» (установлено в модели StressX) номер версии указан в левом верхнем углу главного окна программы, приведенного на рисунке 3.

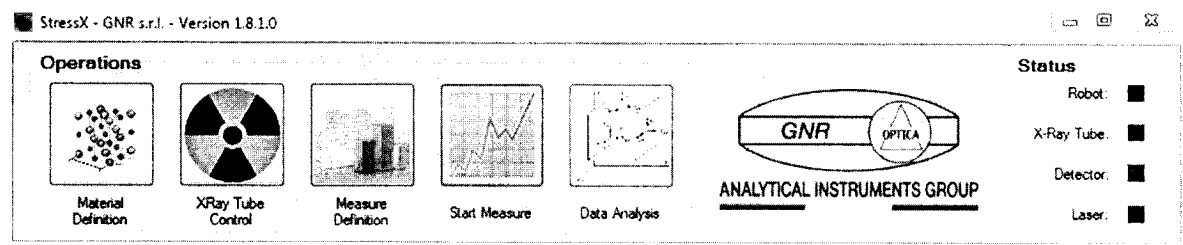


Рисунок 3 – Главное окно ПО «StressX».

6.3.1.4. Дифрактометр считается прошедшим поверку по п. 6.3, если версия ПО не ниже версии, указанной в таблице 3.

Таблица 3 – Версия программного обеспечения

Наименование ПО	Номер версии
«ModernSax Acquisition»	Не ниже 2016-05-11_1039
«AUSTENITE»	Не ниже 1.4.2.0
«StressX»	Не ниже 1.8.1.0

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение абсолютной погрешности дифрактометра при измерении угловых положений дифракционных максимумов.

6.4.1.1. Для моделей Europe, APD 2000 pro и Explorer определение проводить путем измерения углов дифракционных максимумов линий 104, 116, (1.0.10+119), 2.1.10 и 146 ГСО при следующих условиях:

- рентгеновская трубка с медным анодом;
 - ток анода рентгеновской трубки, мА 40;
 - напряжение анода рентгеновской трубки, кВ 30; (15 для модели Europe)
- щели:
- модель Explorer:
- отклоняющая щель (divergent slit), градус 1,0
 - антирассеивающая щель (antiscatter slit), градус 1,0
 - приемная щель (receiving slit), мм -
 - щель соллера (soller slit), градус 2,3
- модель APD 2000 pro:
- отклоняющая щель (divergent slit), градус 1,0
 - антирассеивающая щель (antiscatter slit), градус 1,0
 - приемная щель (receiving slit), мм 0,01
 - щель соллера (soller slit), градус 2,3
- модель Europe:
- Отклоняющая щель (Divergent Slit), градус 1,0
 - Антирассеивающая щель (Antiscatter Slit), градус 1,0
 - Приемная щель (Receiving Slit), мм 0,01
 - Щель соллера (Soller Slit), градус 2,3
- интервалы сканирования по углам 2 θ , градус:
 - дифракционная линия 104 от 34,9 до 35,5;
 - дифракционная линия 116 от 57,2 до 58,0;
 - дифракционные линии (1.0.10+119) от 76,5 до 77,7
 - дифракционная линия 2.1.10 от 100,7 до 101,7;
 - дифракционная линия 146 от 135,5 до 137,3;
 - шаг сканирования, градус:
 - дифракционные линии 104, 116 и (1.0.10+119) 0,01;
 - дифракционные линии 2.1.10 и 146 0,02;
 - экспозиция в точке, с:
 - дифракционные линии 104, 116 и (1.0.10+119) 5;
 - дифракционные линии 2.1.10 и 146 10;
 - селективно-поглощающий фильтр (β -фильтр) Ni;
 - число сканов 1;
- 6.4.1.2 Для модели StressX определение проводить путем измерения угла дифракционного максимума линии с индексами *hkl* 1.1.10 при следующих условиях:
- рентгеновская трубка с хромовым анодом;
 - ток анода рентгеновской трубки, мА 25;
 - напряжение анода рентгеновской трубки, кВ 4,0;
 - селективно-поглощающий фильтр (β -фильтр) V;

- диаметр выходной диафрагмы трубки (spot site), мм 2,0

6.4.1.3 Для модели AgeX определение проводить путем измерения угла дифракционного максимума линии с индексами hkl 1.1.10 при следующих условиях:

- рентгеновская трубка с молибденовым анодом;
- ток анода рентгеновской трубки, мА 50;
- напряжение анода рентгеновской трубки, кВ 20;
- селективно-поглощающий фильтр (β -фильтр) Zr;
- диаметр выходной диафрагмы трубки (spot site), мм 1,0.

6.4.1.4. Абсолютная погрешность измерения углов дифракционных максимумов определяется как разность между значениями зарегистрированных максимумов линий и соответствующими значениями максимумов линий ГСО¹ (приведены в таблицах 4,5 и 6). Угловые положения максимумов определяются в их верхней трети по средней линии между правым и левым крылом.

Дифрактометр считать выдержавшим испытание по п.6.4.1, если измеренные значения положений дифракционных максимумов hkl , отличаются от приведенных в таблицах 4, 5 и 6 не более чем на $\pm 0,02^\circ$ (для модели EUROPE на $\pm 0,015^\circ$).

Таблица 4 – Положение угловых максимумов линий стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) для трубки с медным анодом

№ п/п	hkl	$2\theta_{\text{K}\alpha 1}^{\text{ГСО}}$, градус
1	104	35,15
2	116	57,50
3	1.0.10	76,87
4	119	77,23
5	2.1.10	101,06
6	146	136,06

Таблица 5 – Положение угловых максимумов линий стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) для трубки с хромовым анодом

№ п/п	hkl	$2\theta_{\text{K}\alpha 1}^{\text{ГСО}}$, градус
1	1.1.10	135,01

¹ Положение угловых максимумов линий для различных партий ГСО может отличаться от значений, указанных в таблицах 4,5 и 6. В этом случае следует использовать положение максимумов, указанных в паспорте на стандартный образец.

Таблица 6 – Положение угловых максимумов и относительные интенсивности линий стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (для трубки с молибденовым анодом)

№ п/п	<i>hkl</i>	$2\theta_{K\alpha 1}^{ГСО}$, градус
1	1.1.10	33,26

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.4.2.1. Определить площадь линии с индексами *hkl* 104 (для моделей Europe, APD 2000 Pro, Explorer), площадь линии с индексами *hkl* 1.1.10 для моделей StressX и AreX при условиях указанных в п.4.2 с экспозицией в точке 10 с. Число измерений $n=5$.

6.4.2.2. На основе полученных данных с помощью электронных таблиц Excel, используя функции «СТАНДОТКОРН», «СРЗНАЧ» и операцию «ДЕЛЕНИЕ» провести расчет относительного СКО, выраженного в процентах.

6.4.2.3. Результаты определения относительного СКО выходного сигнала считаются положительными, если полученное значение не превышает 2,5 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки оформляются протоколом. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении А.

7.2. При положительном результате поверки выдается свидетельство о поверке в соответствии с установленной формой.

7.3 При отрицательных результатах поверки дифрактометр к эксплуатации не допускается и выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель дифрактометра.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

дифрактометр рентгеновский _____

Зав.№ _____

Принадлежит _____

ИНН владельца _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

Наименование документа, по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты определения абсолютной погрешности дифрактометра при измерении угловых положений дифракционных максимумов

3. Результаты определения относительного СКО выходного сигнала _____

Заключение _____

Поверитель _____

(подпись)