

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ

Зам. директора ФГУП «ВНИИОФИ»




Н. П. Муравская

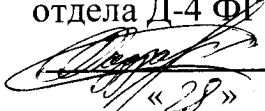
11 2011 г.

ДИФРАКТОМЕТРЫ РЕНТГЕНОВСКИЕ XRD 6100

МП 58.Д4-11

Методика поверки

Начальник сектора МО НК
отдела Д-4 ФГУП «ВНИИОФИ»


Е.Р. Лазаренко

«28» 11 2011 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	3
2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	3
4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ	4
5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	4
6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	4
7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	4
8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
8.1 Внешний осмотр	5
<i>8.1.1 Проведение внешнего осмотра.....</i>	<i>5</i>
<i>8.1.2. Идентификация программного обеспечения.....</i>	<i>7</i>
8.2. Опробование.....	7
8.3. Определение абсолютной погрешности измерения углов 2θ.....	9
8.4. Определение среднеквадратической погрешности измерения углов 2θ.....	10
9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	12
ПРИЛОЖЕНИЕ А	13

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские XRD 6100 фирмы «Shimadzu Corporation» (далее - дифрактометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками - 1 год.

2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны выполняться операции в последовательности, указанной в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
Внешний осмотр	8.1
Опробование	8.2
Определение абсолютной погрешности измерения углов 2θ	8.3
Определение среднеквадратической погрешности измерения углов 2θ	8.4

2.2 Операции поверки проводятся юридическими лицами, аккредитованными на право поверки в установленном порядке.

2.3 Поверка дифрактометра прекращается в случае получения отрицательного результата при проведении хотя бы одной из операций, а дифрактометр признаётся не прошедшим поверку.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны применяться следующие средства поверки, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2

<i>Основные средства поверки</i>		
Наименование средства поверки	Тип средства поверки (рекомендуемый)	Основные технические характеристики средства поверки
СО дифракционных свойств кристаллической решётки (оксид алюминия)	ПРИ-7а ГСО 8631-2004	Нормированный параметр кристаллической решетки $0,47589 \pm 0,00004$ нм, P=0,95
<i>Вспомогательные средства поверки</i>		
Стандартный образец кремния (Si)	NIST SRM 640d	

3.2 Средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

3.3 Приведенные средства поверки могут быть заменены на их аналог с характеристиками не хуже рекомендованных средств поверки.

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ

4.1 Лица, допущенные к проведению измерений и обработке результатов наблюдений при поверке, должны быть обучены в качестве поверителей дифрактометров.

4.2 Лица, допускаемые к проведению поверки, должны изучить устройство и принцип работы поверяемой и измерительной аппаратуры по эксплуатационной документации.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Работа с комплексом должна проводиться согласно требованиям безопасности при работе с электроизмерительными приборами, указанными в инструкции по эксплуатации на прибор.

5.2. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности согласно ГОСТ 12.3.019-80.

6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие условия:

- температура окружающего воздуха - $(23 \pm 5)^{\circ}\text{C}$;
- атмосферное давление — $(84,0-106,7)$ кПа;
- относительная влажность - $(60 \pm 15)\%$.

7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

7.1 Если измерительная аппаратура до начала измерений находилась в климатических условиях, отличающихся от указанных в п. 6.1, то их следует выдержать при нормальных условиях не менее часа, или времени, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый прибор и средства измерения.

7.2 Перед проведением поверки, средства поверки и дифрактометр подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации средств поверки и руководством по эксплуатации дифрактометра.

8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

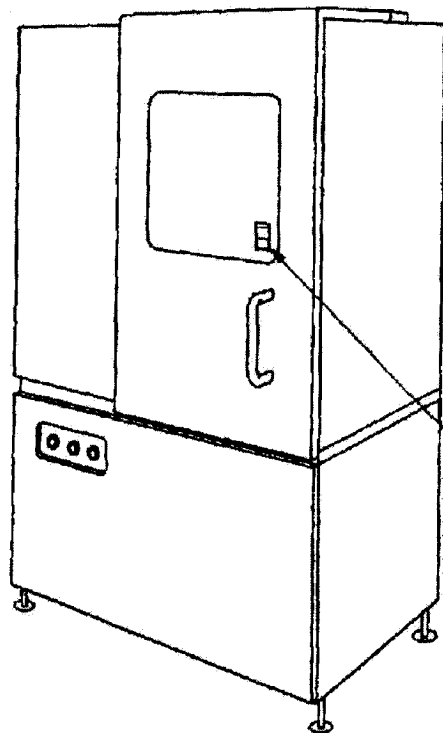
8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Проведение внешнего осмотра

При внешнем осмотре должно быть установлено:

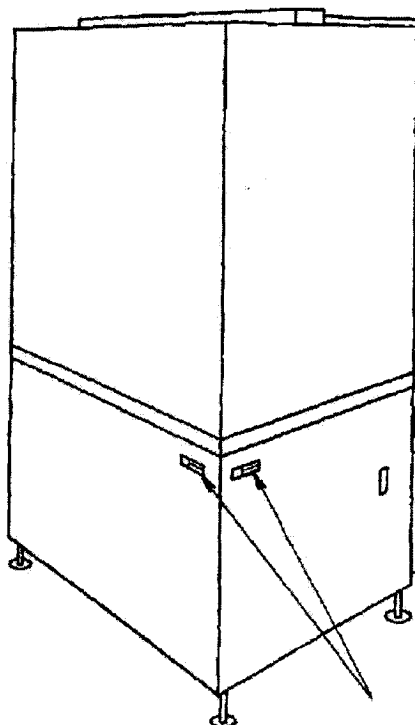
- Комплектность согласно техническому описанию и поставки комплекса;
- Наличие маркировки электронного блока;

Предупреждающая надпись о предохранении от воздействия
рентгеновского излучения



Расположение
предупреждающих
надписей

Предупреждающая надпись о предохранении от воздействия
электрического тока



Расположение предупреждающих
надписей

- Отсутствие механических повреждений, целостность соединительных кабелей и преобразователей.

8.1.2. Идентификация программного обеспечения

Обработка результатов измерений, управление дифрактометром, создание и сохранение файлов с данными контроля, протоколов контроля, файлов настроек, формирование отчетов в реальном времени производится с помощью программного обеспечения PCXRD версии 7.0X (где X = 0,1,2, ... 9).

При идентификации ПО должно быть установлено соответствие наименования, номера версии и контрольной суммы программы данным указанным в таблице 3.

Таблица 3

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Программа обработки данных и управления	PCXRD	версия 7.0X	E16492497B03BBFD EEB10EBA6C3F099 E (расчет выполнен по исполняемому файлу - PMGR.EXE)	MD5

В случае не соответствия идентификационных данных ПО таблице 3 проверка прекращается.

8.2. Опробование

Опробование дифрактометра заключается в его включении, загрузки программного обеспечения и проведения тестирования в автоматическом режиме.

Результаты опробования считаются положительными, если включение и автоматическое тестирование дифрактометра происходит в соответствии с требованиями технической документации фирмы.

Проверка качественного определения пиков

Провести сканирование стандартного образца кремния (Si) NIST SRM 640d (входящего в комплект поставки)

Установить следующие значения дифрактометра:

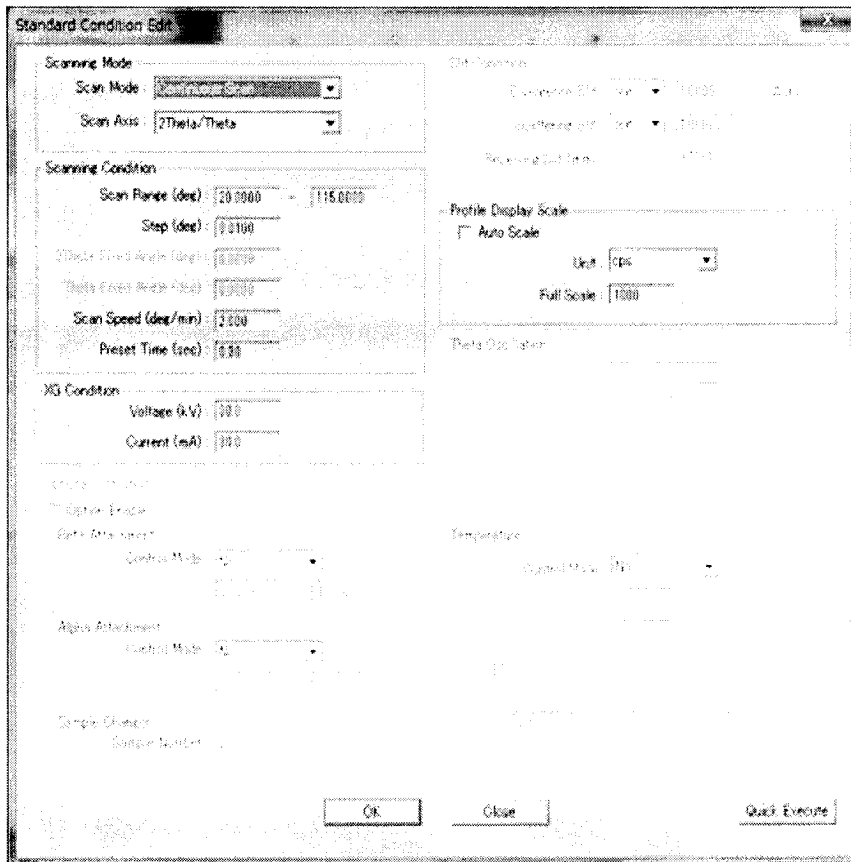


Рисунок 1

Поверку продолжают, если дифрактометр обнаруживает следующие пики (рисунок 2 и рисунок 3):

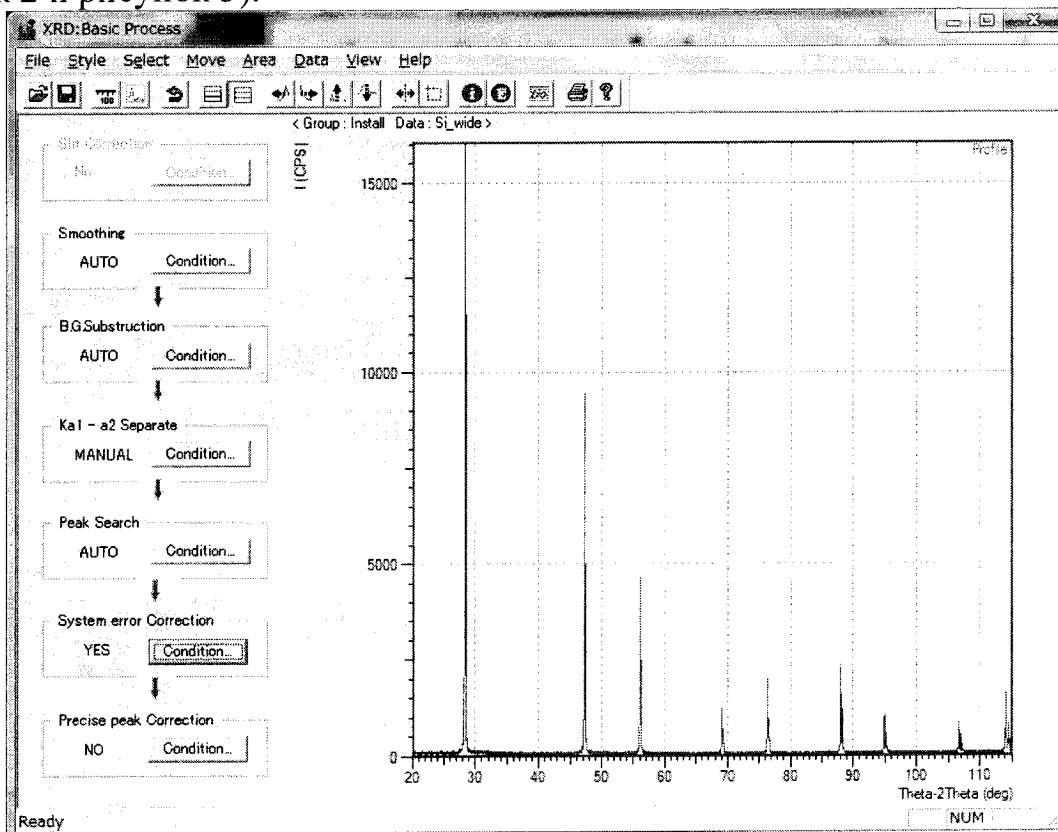


Рисунок 2

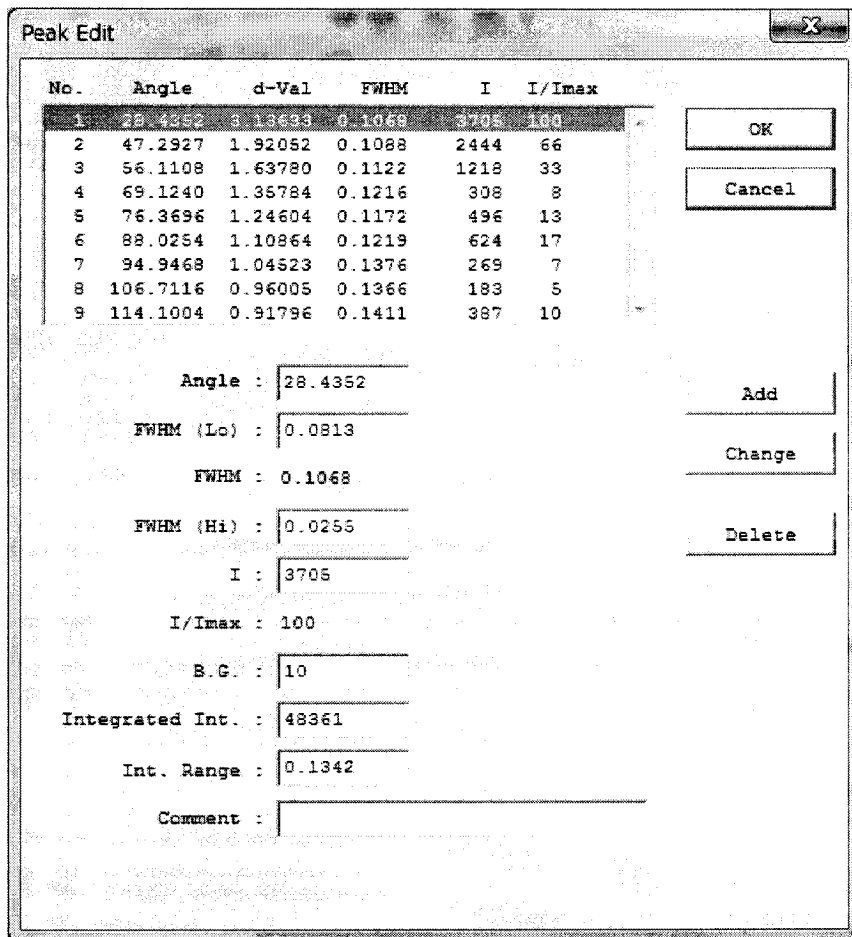


Рисунок 3

8.3. Определение абсолютной погрешности измерения углов 2θ

Установить стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решётки (оксид алюминия) ПРИ-7а (ГСО 8631-2004) в держатель.

Установить следующие значения дифрактометра:

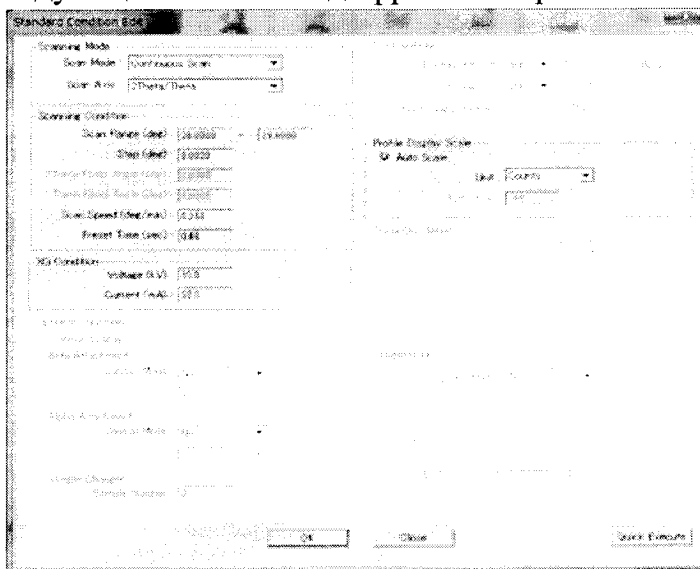


Рисунок 4

В графе Scan Range (диапазон сканирования) вводить диапазон, в котором лежит значение угла в соответствии с паспортом ПРИ-7а (ГСО 8631-2004).

Произвести измерения для всех углов, указанных в паспорте на стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решётки (оксид алюминия) ПРИ-7а (ГСО 8631-2004).

Измерения каждого угла произвести 5 раз.

Результаты измерений записать в таблицу 4.

Таблица 4

п/п	Значение угла 2Θ в соответствии с паспортом ГСО 8631-2004, °	Измеренное значение угла 2Θ , °	Среднее значение угла $\overline{2\Theta}$, °	Абсолютная погрешность Δ измерения угла 2Θ , °	Пределы допускаемой абсолютной погрешности Δ измерения угла 2Θ , °	Заключение
1.					$\pm 0,04$	
2.						
3.						
4.						
5.						

Среднее значение угла 2Θ рассчитывается по формуле:

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (1)$$

где X_i - измеренное значение угла 2Θ , градус,
 n – количество повторных измерений.

Абсолютная погрешность измерения угла 2Θ , рассчитывается по формуле:

$$\Delta = \overline{X} - X_0 \quad (2)$$

где \overline{X} - среднее значение угла 2Θ , рассчитанное по формуле 1, градус
 X_0 – значение угла 2Θ , взятое из паспорта ГСО 8631-2004, градус.

Дифрактометр считается прошедшим поверку с положительным результатом, если рассчитанная абсолютная погрешность измерения угла 2Θ , не более $\pm 0,04$ °.

8.4. Определение среднеквадратической погрешности измерения углов 2θ

Установить стандартный образец кремния (Si) NIST SRM 640d в держатель
 Установить следующие значения дифрактометра:

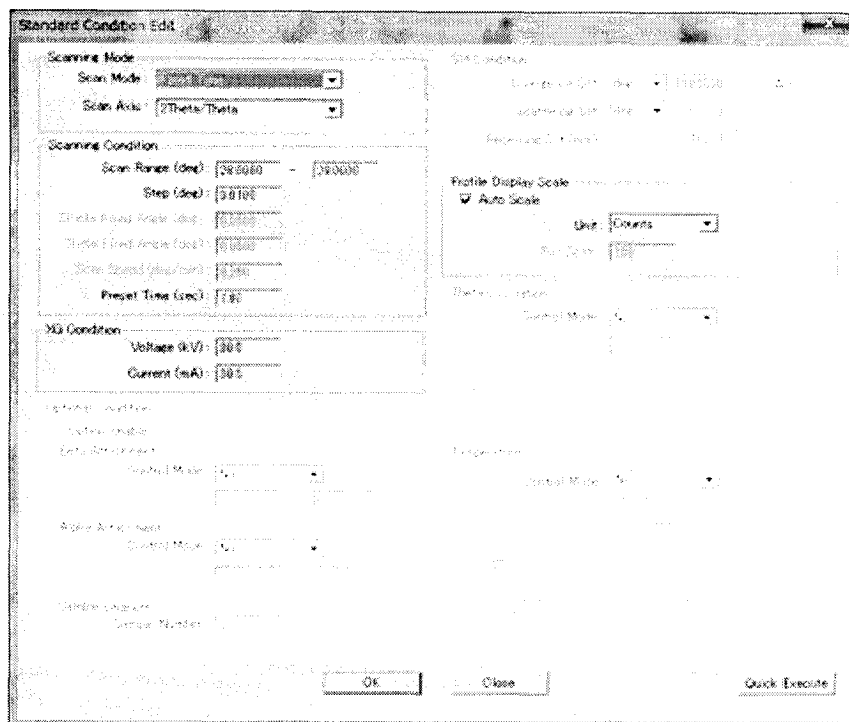


Рисунок 4

Произвести 10 измерений на линии кремния $28,443^{\circ}$ (диапазон сканирования $28^{\circ} - 29^{\circ}$).

Результаты измерений записать в таблицу 5.

Таблица 5

п/п	Измеренное значение угла $2\Theta, ^{\circ}$	Среднее значение угла $2\Theta, ^{\circ}$	СКП, $^{\circ}$	Предел допускаемой среднеквадратической погрешности измерения углов $2\theta, ^{\circ}$	Заключение
1.				0,005	
2.					
3.					
4.					
5.					
6.					
7.					
8.					
9.					
10.					

Рассчитать среднее значение по формуле 1 по результатам 10 измерений.
Рассчитать среднеквадратическую погрешность (СКП) по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (X_i - \bar{X})^2}{9}} \quad (3)$$

где X_i - измеренное значение угла 2Θ , градус.

\bar{X} - среднее значение угла 2Θ , рассчитанное по формуле 1, градус

S - среднеквадратическая погрешность измерения угла 2Θ (СКП), градус.

Дифрактометр считается прошедшим поверку с положительным результатом, если рассчитанная средняя квадратичная погрешность, не более $0,005^{\circ}$.

9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

Результаты поверки заносятся в протокол (форма протокола поверки – приложение А). Протокол может храниться на электронных носителях.

При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006-94. Метрологические характеристики приводятся в виде протокола, как приложение к свидетельству.

При отрицательных результатах поверки система признается непригодной к применению и на нее выдается извещение и непригодности в соответствии с ПР 50.2.006-94 с указанием причин непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Протокол №
Первичной/периодической поверки
от « _____ » _____ 20__ года.

Наименование средства измерения: _____

Заводской номер: _____

Изготовитель: _____

Поверено в соответствии с методикой поверки:

Используемое контрольно-измерительное оборудование: _____

Поверка производилась при следующих значениях влияющих факторов: температура окружающей среды _____ °С, относительная влажность _____ %, атмосферное давление _____ мм рт.ст

Результаты поверки:

Опробование

Определение абсолютной погрешности измерения углов 2θ

п/п	Значение угла 2θ в соответствии с паспортом ГСО 8631-2004, °	Измеренное значение угла 2θ , °	Среднее значение угла $\overline{2\theta}$, °	Абсолютная погрешность Δ измерения угла 2θ , °	Пределы допускаемой абсолютной погрешности Δ измерения угла 2θ , °	Заключение
1.					$\pm 0,04$	
2.						
3.						
4.						
5.						

Определение среднеквадратической погрешности измерения углов 2θ

п/п	Измеренное значение угла $2\theta, ^\circ$	Среднее значение угла $2\theta, ^\circ$	СКП, $^\circ$	Предел допускаемой среднеквадратической погрешности измерения углов $2\theta, ^\circ$	Заключение
1.				0,005	
2.					
3.					
4.					
5.					
6.					
7.					
8.					
9.					
10.					

Заключение: _____

Дата « ____ » _____ 20__ г.

Поверитель: _____ / _____ /