



АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские портативные
УРАН**

**Методика поверки
МП 20/31-2021**

Москва-2021 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские портативные УРАН фирмы ООО «Амтертек», Россия, выпускаемые в модификациях УРАН 50, УРАН 100, УРАН 300 (далее – дифрактометры), и устанавливает методы и средства их первичной (после ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации через установленный интервал между поверками.

1.2 Дифрактометры предназначены для измерения угловых положений дифракционных пиков, возникающих от воздействия направленного на анализируемый объект сфокусированного рентгеновского излучения.

1.3 При проведении поверки измеряемые дифрактометрами 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 Межповерочный интервал 1 год.

2. Перечень операций поверки

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

Таблица 1 Операции, выполняемые при проведении поверки

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		В процессе эксплуатации	После ремонта
1. Внешний осмотр дифрактометра	7	Да	Да
2. Подготовка к поверке и опробование дифрактометра	8	Да	Да
3. Проверка программного обеспечения дифрактометра	9	Да	Да
5. Определение метрологических характеристик дифрактометра	10	Да	Да
5.1 Определение диапазона измерений углов дифракции 2θ и абсолютной погрешности измерений углов дифракции 2θ	10.1	Да	Да
5.2 Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) результатов измерений углов дифракции 2θ	10.2	Да	Да
6. Подтверждение соответствия дифрактометра метрологическим требованиям	11	Да	Да
7. Оформление результатов поверки	12	Да	Да

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. Метрологические и технические требования к средствам поверки.

При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014.

Допускается применение других средств поверки с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

4. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в техническом описании на установку для анализа состава монокристаллических плёнок.

4.2 При проведении поверки должны соблюдаться:

а) Инструкция по охране труда и производственной санитарии при работе на установках рентгеноструктурного и рентгеноспектрального анализа 07562149.25000.007, либо более поздние издания этого руководства

б) Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности СП 2.6.1.2612-10

в) Нормы радиационной безопасности НРБ –99/2009, Санитарные правила и нормативы СанПиН 2.6.1.2523 – 09.

Дополнительные требования могут быть изложены в Инструкциях по технике безопасности для сотрудников предприятия, включая Инструкции по охране труда при работе на рентгеновских аппаратах (установках), Инструкцию по технике безопасности при работе с легковоспламеняющимися и огнеопасными жидкостями.

5. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверения поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы рентгеноструктурного анализа;
- изучившие техническое описание и Методику поверки поверяемой установки.

6. Требования к условиям проведения поверки

6.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С15-35
- атмосферное давление, кПа..... 92 - 104
- относительная влажность воздуха, %, не более80
- напряжением питания, В..... 230±20

7. Внешний осмотр дифрактометра

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие дифрактометра следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, заводской номер, год изготовления;
- прочность закрепления, плавность действия и обеспечение надежности фиксации всех органов управления;
- соответствие функциональному назначению и четкость всех надписей на органах управления и индикации;
- наружная поверхность не должна иметь следов механических повреждений, которые могут влиять на работу дифрактометра;
- чистота и целостность разъемов;
- соединительные провода должны быть исправными;
- комплектность дифрактометра должна соответствовать комплектности, указанной в эксплуатационной документации.

7.2 Результаты внешнего осмотра дифрактометра считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1

8. Подготовка к поверке и опробование дифрактометра

8.1 Подготовка дифрактометра к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2 Включить блок питания и управления с помощью кнопки «Сеть» и осуществить прогрев в течение 20 мин. Осуществить выход рентгеновской трубки (R-трубки) на режим с помощью управляющей программы Stress-U, следя за цифровыми значениями анодного тока и анодного напряжения R-трубки в соответствующих окнах программы. По выходе на рабочий режим R-трубки лампа-индикатор режима работы R-трубки на блоке питания и управления будет гореть непрерывно. Режим работы рентгеновской трубки выставляется автоматически и изменению оператором не подлежит.

8.3 Убедиться в наличии набора дифрактограммы в соответствии с руководством по эксплуатации, для чего задать время экспозиции в секундах в окне программы и нажать клавишу «Старт». В появившемся дополнительном окне нажать кнопку «Продолжить». Остановка набора спектра осуществляется нажатием кнопки «Стоп».

8.4 Результаты поверки по п.8 считать положительными, если выполнены требования п.п.8.1-8.3.

9. Проверка программного обеспечения дифрактометра

9.1 Проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) проводят путем открытия на диске управляющего компьютера директории C:\Program Files\Uran, в которой содержится файл Stress-U. Идентификационные данные должны соответствовать приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Stress-U
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.2.3

9.2 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если результаты проверок по п. 9.1 положительные.

10. Определение метрологических характеристик

10.1 Определение диапазона измерений углов дифракции 2θ и абсолютной погрешности измерений углов дифракции 2θ

На держатель образцов устанавливают стандартный образец кристаллической решётки ГСО 10475-2014 таким образом, чтобы пятно от лазерного длинномера попадало в центр стандартного образца. Для используемой рентгеновской трубки с анодом из Cr выбираются линии согласно таблицы 3:

Таблица 3 Параметры измерения для рентгеновской трубки с анодом Cr

Индекс отражения (hkl)	Позиция детектора	Время измерения, с	Примечание
(214)	1	1000	
(300)			
(1.0.10)	2	600	
(113)	1	600	Только для модификации УРАН 300

Переставляют детектор в положение 1, совместив стрелку на детекторе с надписью «I» на несущей дуге гониометра в соответствии с руководством по эксплуатации и снимают дифрактограмму с экспозицией 1000 с. В этом положении детектора

одновременно будут зафиксированы два отражения от индексов (214) и (300). По окончании набора детектор переставляют в положение 2 совместив стрелку на детекторе с надписью «II» на несущей дуге для регистрации отражений от индекса (1.0.10), экспозиция 600 с.

При анализе используется дуплет $K_{\alpha 1} + K_{\alpha 2}$. Определение положения пика производится по линии K_{α} среднее.

В программе Stress-U открывают соответствующий файл, записывают данные пиков для каждого индекса отражения (214), (300), (1.0.10), а для модификации дифрактометра УРАН 300 также индекса (113):

- Положение пика: $\theta_{изм.}$
- Интенсивность пика: $I_{инт.}$
- Полуширина пика: «ПШПВ»

Для каждого индекса (hkl) отражения (214), (300), (1.0.10) определяют абсолютную погрешность измерений углового положения рефлекса по углу 2θ по формуле:

$$\Delta(hkl) = 2\theta_{изм} - 2\theta_{справ} \quad (1)$$

где $2\theta_{справ}$ - справочное значение угла 2θ для максимума соответствующего индекса отражения, указанное в таблице 4,
 $2\theta_{изм}$ - измеренное значение угла 2θ для максимума соответствующего индекса отражения.

Определяют абсолютную погрешность (по модулю) измерений углов дифракции 2θ по формуле:

$$\Delta = \max[|\Delta(214)|, |\Delta(300)|, |\Delta(1.0.10)|] \quad (2)$$

для модификаций УРАН 50, УРАН 100
 и по формуле

$$\Delta = \max[|\Delta(214)|, |\Delta(300)|, |\Delta(1.0.10)|, |\Delta(113)|] \quad (3)$$

для модификации УРАН 300,

где $\Delta(hkl)$ - абсолютная погрешность измерений углового положения (2θ) рефлекса (hkl), определяемая по (1).

10.2 Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) результатов измерений углов дифракции 2θ .

Устанавливают время измерения равное 1000 сек для индекса отражения (214), (300) и измеряют угловое положение пика дифракционного отражения. Для индекса отражения (1.0.10) время измерения задают равным 600 сек и измеряют угловое положение пика дифракционного отражения. Повторяют указанные измерения всего 10 раз для каждого индекса отражения ((214), (300), (1.0.10), (113)), каждый раз регистрируя угловое положение пика дифракционного отражения $(2\theta)_i$, где $i=1, 2, \dots, 10$ – номер измерения.

Определяют среднеквадратичное отклонение $СКО(hkl)$ результатов измерений углов дифракции 2θ для каждого индекса отражения (hkl) по формуле:

$$СКО(hkl) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} [(2\theta)_i - (2\theta)_{cp}]^2}{9}} \quad (4)$$

где $(2\theta)_{cp}$ – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения $(2\theta)_i$ по результатам 10 измерений для индекса отражения (hkl).

10.3 Справочные значения

Справочные значения измерений на рентгеновской трубке с анодом Cr (CrK α среднее: $\lambda = 0,22910$ нм) указаны в таблице 4

Таблица 4. Справочные значения измерений на рентгеновской трубке с анодом Cr

Индекс отражения (hkl)	Положение пика ($2\theta_{\text{справ.}}$), градусов
(133)	66,616
(214)	109,235
(300)	112,961
(1.0.10)	135,197

11 Подтверждение соответствия дифрактометра метрологическим требованиям

11.1 Результаты определения диапазона измерений углов дифракции 2θ и абсолютной погрешности измерений углов дифракции 2θ считают положительными, если выполнено условие

$$\Delta \leq 0,13^{\circ}, \quad (5)$$

где Δ определяется по (2) или (3). При этом диапазоном измерений углов дифракции 2θ считается диапазон от 102 до 160 градусов для дифрактометров УРАН 50 и УРАН 100 и от 50 до 160 градусов для дифрактометров УРАН 300.

11.2 Результаты определения среднеквадратичного отклонения (СКО) результатов измерений углов дифракции 2θ считают положительными, если выполнено требование:

$$СКО(hkl) \leq 0,04^{\circ} \quad (6)$$

для всех индексов (hkl).

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом, 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 на свидетельство о поверке и на лицевую панель блока питания и управления дифрактометра в виде наклейки в соответствии с рисунком общего вида, приведенным в описании типа.

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

Начальник отдела АО «НИЦПВ»,
кандидат физ.-мат. наук



В.Б.Митнюхляев

**Приложение
(рекомендуемое)**

Форма протокола поверки дифрактометра

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №__ (от _____)

1. Средство измерений: Дифрактометр рентгеновский портативный УРАН

Принадлежит: _____

2. Заводской номер _____

3. Предприятие изготовитель: фирма ООО «Армтек», Россия

4. Условия поверки:

- время начала поверки _____ час. _____ мин.
- время окончания поверки _____ час. _____ мин.
- температура окружающего воздуха в начале поверки _____ °С;
- температура окружающего воздуха по окончании поверки _____ °С;
- относительная влажность воздуха _____ %;
- атмосферное давление _____ кПа
- напряжение питания сети _____ В;

5. Средства поверки:

- СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014

6 Операции поверки

6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения

Вывод: _____

6.2 Проверка работоспособности дифрактометра.

Вывод: _____

6.3 Определение метрологических характеристик

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Единица измерений.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Определение абсолютной погрешности измерения угловых положений дифракционных пиков 2θ .	7.3.1	градусов	0,13		

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Единица измерений.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) результатов измерений углов 2θ .	7.3.2	градусов	0,04		

Заключение: По результатам поверки дифрактометр рентгеновский портативный УРАН (УРАН 100, УРАН 300), заводской номер ____, производства фирмы ООО «Амтертек» признан **годным негодным** (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель: _____

подпись

ФИО

« ____ » _____ 20 ____ г.