



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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

«25» октября 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские
POWDIX**

**Методика поверки
МП 20/37-2021**

Москва
2021

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские POWDIX фирмы «ЛИНЕВ АДАНІ», Белоруссия (далее - дифрактометры), выпускаемые в модификациях POWDIX 600, POWDIX 300 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Дифрактометры предназначены для измерений параметров кристаллической решетки на основе регистрации и последующего анализа углового распределения интенсивности рентгеновских лучей, дифрагированных на кристаллической решетке.

1.3 При проведении поверки измеряемые дифрактометрами значения величин прослеживаются через изготовителя ГСО 10475-2014 (SRM 1976b) National Institute of Standards and Technology, США, 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.

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первичной поверке	При периодической поверке
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
4. Определение метрологических характеристик дифрактометра	10	Да	Да
4.1 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по 2θ	10.1	Да	Да
4.2 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых положений дифракционных максимумов по 2θ	10.2	Да	Да
4.3 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов	10.3	Да	Да
5. Подтверждение соответствия дифрактометра метрологическим требованиям	11	Да	Да
6 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

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки, указанные в таблице 2

Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

Обозначение образца в данной методике поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки	Обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Номер пункта по методике поверки
ПО-1	СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 (SRM 1976b)	Параметр кристаллической решетки: $a=0,4759137$ нм, расширенная неопределенность $U=0,0000080$ нм, $c=1,299337$ нм, расширенная неопределенность $U=0,000015$ нм.	10.1 10.2
ПО-2	Прибор комбинированный Testo 622.	Госреестр средств измерений №53505-13.	10.1

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

4 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80 «Правила эксплуатации электроустановок потребителем».

4.2 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.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы просвечивающей электронной микроскопии;
- 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, °С.....от +18 до + 28
- относительная влажность воздуха, % не более.....80
- напряжение питания от сети частотой 49-61 Гц, В.....от 180 до 264

7 Внешний осмотр дифрактометра

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, года изготовления и товарного знака фирмы-изготовителя.
- наличие и исправность заземления.

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

8 Подготовка к поверке и опробование дифрактометра

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 60 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 30 мА. Убедиться, что диапазон углов хода гониометра, от 5 до +160 градусов

8.6 Убедиться в возможности сканирования по углу 2θ в диапазоне от 10 до 146 градусов.

8.7 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки по п. 8 с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.8.1-8.6.

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

Идентификационные данные ПО (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование программного обеспечения	PowDixTest	Almaz
Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	не ниже 0.9.2.0 1	не ниже 1.0.0.0

10 Определение метрологических характеристик

10.1 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по 2θ

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: 2,5 град.;

- монохроматор дифрагированного пучка

10.1.3 Устанавливаем параметры:

- напряжение и ток рентгеновской трубки: 40 кВ; 10 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 $\theta/2\theta$ просканировать весь диапазон: от -6 до +154 градусов. Сканировать с апертурой детектора в 101 пиксель (для минимизации оптических aberrаций) со скоростью 0.04 градус/с по θ

После окончания сканирования на экране отображается полученная дифрактограмма с сообщением об успешном завершении сканирования «Scanning completed successfully» (см. рис.) и автоматически будет закрыта шторка излучателя. Результаты сканирования автоматически сохраняются в файл на ПК.

10.1.6 Используя программное обеспечение Almaz, определить угловые положения максимумов рефлексов для индексов отражения (012), (104), (0210), (1310).

10.1.7 Провести пятикратные измерения по п.п. 10.1.5-10.1.6 и определить средние значения $\theta(hkl)_{изм}$ угловых положений максимумов рефлексов для индексов отражения (hkl): (012), (104), (0.2.10), (1.3.10).

10.1.8 Определить для каждого индекса отражения отклонение средних измеренных значений $\theta(hkl)_{изм}$ от паспортных $\theta(hkl)_{пасп}$, указанных в таблице 4, по формуле:

$$\delta(hkl) = \theta(hkl)_{изм} - \theta(hkl)_{пасп} \quad (1)$$

Таблица 4 - Паспортные значения угловых положений максимумов рефлексов для стандартного образца ГСО 10475-2014 и рентгеновской трубки с анодом Cu (CuK α 1: λ = 0.1540593 нм)

Индекс отражения (hkl)	Паспортное значение углового положения пика 2θ , градусов
012	25,575
104	35,147
0210	88,989
1310	127,669

10.1.9 Определить абсолютную погрешность (по модулю) измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ по формуле:

$$\Delta\theta = \max\{|\delta(012)|, |\delta(104)|, |\delta(0.2.10)|, |\delta(1.3.10)|\} \quad (2)$$

10.2 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ

10.2.1 На основании данных, полученных по п. 10.1.7 определить угловое положение в градусах максимума рефлекса для индекса отражения (104).

10.2.2 Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций дифракционных линий по 2θ по формуле:

$$СКО = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [(2\theta)_i - (2\theta)_{cp}]^2}{n-1}} \quad (3)$$

где $(2\theta)_{cp}$ – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения
 $(2\theta)_i$ – значение углового положения пика по результатам измерения с номером i .

10.3 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов

10.3.1 На основании данных, полученных по п. 10.1.7 определить для каждого измерения с номером i значения интенсивностей $I_{(012)i}$ и $I_{(104)i}$ в максимумах линий дифракционного отражения, соответствующих индексам отражения (012) и (104) соответственно. Определить относительную интенсивность K_i дифракционных максимумов по формуле

$$K_i = \frac{I_{(012)}}{I_{(104)}} \quad (4)$$

Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов по формуле:

$$S = 100\% \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (K_i - \bar{K})^2}{n-1}} \quad (5)$$

где $\bar{K} = \frac{\sum_{i=1}^n K_i}{n}$

11 Подтверждение соответствия дифрактометра метрологическим требованиям

11.1 Результаты определения диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по 2θ считать положительными, если выполнены требования п.10.1.5 и выполнено требование для значения $\Delta\theta$, определенного по формуле (2):

$$\Delta\theta \leq 0,02^\circ.$$

При этом диапазоном измерений угловых положений дифракционных максимумов по 2θ следует считать диапазон от -6 до +154 градусов.

11.2 Результаты определения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов 2θ считать положительными, если для значения СКО, определенного по (3), выполнено требование:

$$СКО \leq 0,002^0$$

11.3 Результаты определения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов считать положительными, если для значения S , определенного по (5), выполнено требование:

$$S \leq 2\%$$

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом, который хранится в организации, проводившей поверку. Форма протокола дана в Приложении.

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.

Зам. начальника отдела АО «НИЦПВ»



И.М. Карнаух

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № ____ (от _____)

1.Средство измерений: Дифрактометр рентгеновский POWDIX 600 (300), номер в Госреестре №

2.Принадлежит: _____

3.Заводской номер: № _____

4. Вид поверки: первичная (периодическая)

5.Предприятие изготовитель: ЗАО «ЛИНЕВ АДАНИ».

6. Место проведения поверки: _____

7. Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____ °С;
- относительная влажность воздуха _____ %;
- атмосферное давление _____ кПа.

8.Средства поверки: ГСО 10475-2014.

9.Операции поверки

9.1 Внешний осмотр.

Вывод: _____

9.2 Подготовка к поверке и опробование дифрактометра:

Вывод _____

9.3 Проверка программного обеспечения

Вывод _____

9.4 Определение метрологических характеристик

Наименование параметра	Пункт методики поверки	Ед. изм.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
Диапазон измерений угловых положений дифракционных максимумов по 2θ	10.1.	градусов	от -6 до 154		
Абсолютная погрешность измерений угловых положений дифракционных максимумов по 2θ	10.1	градусов	не более 0,02		
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ	10.2	градусов	$\leq 0,5$		
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов, не более	10.3	%	≤ 2		

Заключение: По результатам поверки Дифрактометр рентгеновский POWDIX 600 (300), зав. № _____, признан годным негодным (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель: _____
подпись

_____ ФИО
« ____ » _____ 20 ____ г.