

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель
генерального директора
АО «НИЦПВ»


Д.М. Михайлюк



» декабря 2018 г.

**Дифрактометр рентгеновский
SmartLab**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

СОДЕРЖАНИЕ

1. Область применения.....	3
2. Операции поверки.....	3
3. Средства поверки.....	4
4. Требования безопасности.....	4
5. Требования к квалификации поверителей.....	4
6. Условия поверки.....	5
7. Подготовка к поверке.....	5
8. Проведение поверки.....	5
9. Оформление результатов поверки.....	9

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на дифрактометр рентгеновский SmartLab, изготовленный фирмой Rigaku Corporation, Япония (далее – дифрактометр) и устанавливает методы и средства его первичной и периодической проверок.

Настоящая методика разработана в соответствии с РМГ 51-2002 «Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения».

Интервал между поверками - 2 года.

2 Операции поверки

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			Первичной поверке	Периодической поверке
1	Внешний осмотр. Проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения	7.1	Да	Да
2	Проверка работоспособности дифрактометра	7.2	Да	Да
3	Определение диапазона изме- рений углов дифракции 2θ	7.3.1	Да	Да
4	Определение абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки	7.3.2	Да	Да

3 Средства поверки

При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014.
- Прибор контроля параметров воздушной среды «Метеометр МЭС-200А».
- Мультиметр цифровой АРРА 97IV.

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

4 Требования безопасности

4.1 Процесс проведения поверки относится к вредным условиям труда.

4.2 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в техническом описании на приборы.

4.3 Должны соблюдаться "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г., "Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений" ОСП-72/87.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже 1, согласно "Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г, "Основных санитарных правил работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений ОСП-72/87";

- знающие основы рентгеноструктурного спектрального анализа;

- имеющие опыт работы с рентгеноструктурными средствами измерений;

- изучившие техническое описание поверяемого дифрактометра и его методику поверки.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +18 до +22
- скорость изменения температуры не более град/час0,5
- атмосферное давление, кПа.....от 90,6 до 104,8
- относительная влажность воздуха, %.....от 20 до 80
- Напряжение питания от однофазной сети переменного тока частотой 50/60 Гц, В..... от 210 до 230

7 Подготовка к поверке

7.1 Перед проведением поверки дифрактометр следует прогреть в течение не менее двух часов.

7.2 Подготовка дифрактометра к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с руководством по эксплуатации.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр, проверка комплектности. Идентификация программного обеспечения

8.1.1 Проводится проверка на соответствие технической документации (требованиям фирмы-изготовителя установки), комплектности, маркировке, требованиям безопасности. Осматривают поверяемый дифрактометр, убеждаются в исправности заземления, отсутствии механических повреждений, наличии защитных заслонок на окнах рентгеновской трубки.

8.1.2 Результаты внешнего осмотра и проверку комплектности дифрактометра считают положительными, если выполняются все требования п. 8.1.1.

8.1.3 Для идентификации программного обеспечения (ПО) дифрактометра необходимо:

- включить прибор;

- запустить программу выполнения измерений SmartLab Guidance, расположенную в папке Rigaku/SmartLab Studio/ SmartLab Guidance. В окне программы SmartLab Guidance через пункт меню About SmartLab Guidance открыть информационное окно, которое представлено на рисунке 1.

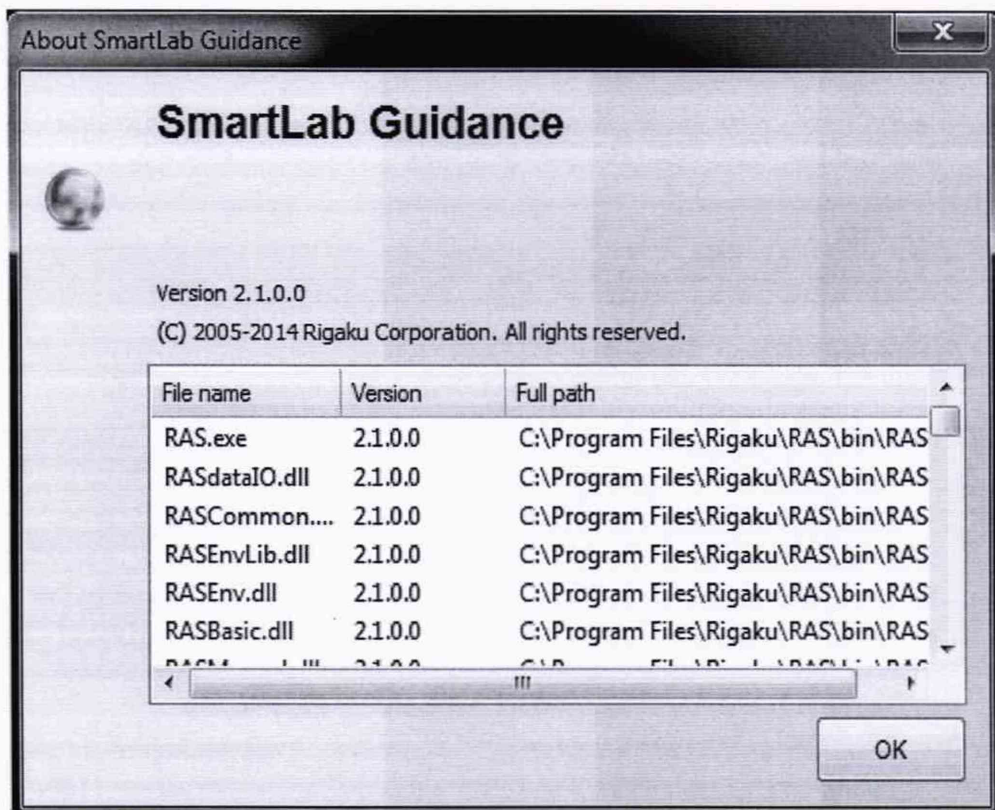


Рисунок 1. Информационное окно для идентификации программного обеспечения.

8.1.4 Считать номер версии программного обеспечения.

8.1.5 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения Smartlab Guidance

Идентификационное наименование ПО	SmartLab Guidance
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.1.0.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

8.2 Проверка работоспособности дифрактометра

8.2.1 В соответствии с руководством по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и дифрактометром.

8.2.2 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.

8.2.3 Убедиться в возможности сканирования по углу θ в диапазоне от 0 до 70 градусов и по углу 2θ в диапазоне от 0 до 140 градусов.

8.2.4 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.8.2.1-8.2.3.

8.3. Определение метрологических характеристик

8.3.1 Определение диапазона измерений углов дифракции 2θ

8.3.1.1 На столик образцов гониометра установить стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014.

8.3.1.2 Вывести рентгеновский генератор в режим 30мА/40кВ.

8.3.1.3 Установить следующую конфигурацию дифрактометра:

- режим параллельного пучка, для этого установить щель выбора: «РВ»;
- первичные щели Соллера: 5^0 ;
- первичная ограничивающая (ширину рентгеновского пучка) щель («IL slit – Incident length-limiting slit»): 10 мм;
- первичная щель (ограничивающая высоту рентгеновского пучка) (IS – Incident slit): 1 мм;
- приемная щель №1 (RS1 – Receiving slit 1): 20 мм;
- приемная щель №2 (RS2 – Receiving slit 2): 20 мм;
- приемный блок анализатора на базе параллельных щелей (PSA – Parallel Slit Analyzer): $0,5^0$;

- приемные щели Соллера: 5° .

8.3.1.4 Произвести в автоматическом режиме режим юстировки образца по высоте.

8.3.1.5 В режиме сканирования $\theta/2\theta$ установить диапазон съемки дифрактограммы по углу 2θ в интервале от $+20$ до $+160$ градусов, шаг сканирования $0,01$ градус, время на шаг $0,1$ с.

8.3.1.6 Произвести запись дифрактограммы, убедиться в наличии пиков дифракционного отражения в диапазоне углов 2θ от $+20$ до $+160$ градусов, в том числе пиков с индексами отражения (012) и (330), для которых справочные значения углов составляют $25,575$ и $152,402$ градуса соответственно.

8.3.1.7 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если выполнены требования п.8.3.1.6.

8.3.2 Определение абсолютной погрешности измерений параметров кристаллической решетки

8.3.2.1 Установить режим сканирования $\theta/2\theta$, произвести сканирование с параметрами, указанными в таблице 3.

Таблица 3 – Параметры сканирования

Индекс отражения (hkl)	Диапазон сканирования (2θ), градусов	Шаг сканирования (2θ), градусов	Время на шаг, с
012	25 - 26,2	0,005	2
104	34,6-35,8	0,005	2
0210	88,4-89,6	0,01	10
1310	127-128,3	0,01	10

8.3.2.2 Используя полнопрофильный метод Ритвельда, определить параметры кристаллической решетки a и c . Для этого загрузить полученную дифрактограмму в программу для обработки полученных данных PDXL. Из таблицы под

дифрактограммой считать параметры кристаллической решетки a и c .

8.3.2.3 Рассчитать абсолютную погрешность измерения параметра a кристаллической решетки по формуле

$$\Delta a = |a_{\text{насп}} - a_{\text{изм}}|$$

где $a_{\text{насп}}$ - значение параметра a кристаллической решетки, указанное в паспорте на ГСО,

$a_{\text{изм}}$ - измеренное значение параметра a кристаллической решетки.

8.3.2.4 Рассчитать абсолютную погрешность измерения параметра c кристаллической решетки по формуле

$$\Delta c = |c_{\text{насп}} - c_{\text{изм}}|$$

где $c_{\text{насп}}$ - значение параметра c кристаллической решетки, указанное в паспорте на ГСО,

$c_{\text{изм}}$ - измеренное значение параметра c кристаллической решетки.

8.3.2.5 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если выполнены условия $\Delta a \leq 0,001$ нм и $\Delta c \leq 0,001$ нм.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки оформляются протоколом, который хранится в организации, проводившей поверку.

9.2 Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и дифрактометр в соответствии с рисунком, приведенным в описании типа.

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



В.Б. Митюхляев