

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Дифрактометры рентгеновские настольные для фазового состава «MiniFlex 600»

Назначение средства измерений

Дифрактометры рентгеновские настольные «MiniFlex 600», предназначенные для определения фазового состава кристаллических веществ (далее дифрактометры) на основе измерений распределения интенсивности рентгеновских лучей, отраженных от анализируемого вещества и последующего анализа профилей брэгговских отражений в дифракционной картине.

Описание средства измерений

Принцип действия дифрактометров (аппаратов для рентгеноструктурного анализа) основан на явлении дифракции рентгеновских лучей от атомных плоскостей в элементарной ячейке кристаллической решетки исследуемого вещества. Направляемый из источника излучения пучок рентгеновских лучей взаимодействует со скоплениями электронной плотности в различных атомных плоскостях, отражается в различных соответствующих кристаллографических направлениях и фокусируется на приемной щели (поверхности) детектора. Регистрация дифракционной картины (для выделения возникающих брэгговских отражений от систем различных атомных плоскостей) - распределения отражаемых импульсов осуществляется детектором - счетчиком количества зарегистрированных импульсов. Анализ профилей брэгговских отражений позволяет определить их интегральную интенсивность, массовые доли (атомные доли) компонентов в элементарной ячейке кристаллической решетки, провести оценочный (качественный) и количественный фазовый состав анализируемого вещества. Прямые расчеты содержания фазы (фаз) в веществе и/или массовой доли (атомной доли) компонент в фазах производятся на основе обработки результатов измерений методами Ритвельда (определяются тип и содержание вещества в элементарной ячейке кристаллической решетки), косвенные расчеты фазового состава могут также осуществляться методами с использованием баз данных (корундовые числа, калибровочные зависимости определяемых размеров элементарной ячейки - параметров решетки (межплоскостных расстояний) от состава и от типа фазы в смеси).

Дифрактометры представляют собой настольный автоматизированный аппарат для рентгеноструктурного анализа (установку с набором компонентов в комплектации, предназначенной для определения фазового состава кристаллических веществ), использующим комплекс программ для управления измерениями и для расчетов по определению состава элементарной ячейки кристаллических веществ и состава фаз с различными элементарными ячейками.

Конструктивно дифрактометр выполнен в виде отдельных модулей, связанных между собой согласно выбранной схеме фокусировки рентгеновских лучей и управляемых от персонального компьютера. Дифрактометр состоит из источника рентгеновского излучения (рентгеновской трубки), базовой платформы, гониометра и системы щелей для ограничения пучка, детектора, блока электроники и компьютера для управления дифрактометром и для последующей обработки данных. Управление дифрактометром, юстировка, сбор первичных данных, их обработка и вычисление состава анализируемых образцов осуществляются с помощью программного обеспечения, входящего в комплект поставки.

Внешний вид дифрактометра показан на рисунке 1.



Рисунок 1. Внешний вид дифрактометра
Знак поверки наносится на заднюю стенку установки рядом с наклейкой знака утверждения типа, см. рисунок 2.

При работе дифрактометра обеспечиваются безопасные условия труда оператора. При максимальных значениях напряжения и тока на рентгеновской трубке мощность эквивалентной дозы рентгеновского излучения в любой доступной точке на расстоянии 10 см от поверхности дифрактометра не превышает 1мкЗв\ч. Дифрактометр оснащен системой безопасности, препятствующей проникновению оператора внутрь прибора при работающем источнике. Специальное пломбирование дифрактометра не предусмотрено.

Программное обеспечение

Управление дифрактометром осуществляют с помощью встроенного контроллера и внешней ПЭВМ с использованием специализированного программного обеспечения (ПО). Программное обеспечение включает MiniFlex Guidance - управляющая программа (настройка параметров системы, онлайн коррекция угла, измерения) и программный пакет PDXL предназначенный для обработки данных, и для расчетов для определения состава (анализ по методу Ритвельда, оценочный (качественный) фазовый анализ, количественный фазовый анализ, и др.). Программный пакет PDXL является модульным. Минимальный комплект PDXL включает в себя модуль PDXL Basic (осуществляющий базовую обработку исходных данных – сглаживание, вычитание фона, поиск пиков и пр.). В зависимости от решаемых задач в состав программного пакета PDXL могут входить и другие модули.

При инсталляции программного пакета PDXL устанавливаются все возможные модули для определения состава - метод Ритвельда, качественный (оценочный) анализ, количественный анализ, уточнение параметров элементарной ячейки, определение доли аморфной фазы, и др. Доступ к тем или иным модулям контролируется защитным USB-ключом, определяющий перечень модулей, с которыми может работать пользователь. Программный пакет PDXL может быть установлен на нескольких ПК, однако будет работать только на том ПК, где установлен защитный USB-ключ.

Уровень защиты ПО от непреднамеренных и преднамеренных изменений – «средний» в соответствии с Р 50.2.077-2014.

Таблица 1 Идентификационные данные ПО.

Идентификационные данные (признаки)	Значения	
Наименование ПО	MiniFlex Guidance управляющая программа	PDXL обработка данных
Идентификационное наименование ПО	MiniFlex Guidance	PDXL2
Номер версии	1.2.1.x ¹⁾ 1.2.1.2 ²⁾	2.2.1.x ¹⁾ 2.2.1.0 ²⁾
Цифровой идентификатор (контрольная сумма) (По ГОСТ Р 34.11.94)	8481A6906A41FDA AA196619025B85285	38E0C87D5A1FD60B E36FA3DDB1C53BEB
Алгоритм получения цифрового идентификатора	MD5	MD5
Примечания: ¹⁾ Фирма «Rigaku Corporation» оставляет за собой право улучшать программный продукт без уведомления пользователей и в рамках сервисных договоров на обслуживание поставляемых установок проводить обновления программ до последних версий. При этом вносимые изменения в последующие версии ПО не вносят изменений в метрологически значимую часть и уровень защиты ПО. Для проверки целостности установленного ПО фирма предоставляет цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода) метрологически значимой части ²⁾ версия для исходной поставки		

Метрологические и технические характеристики

Метрологические и характеристики дифрактометра «MiniFlex 600» представлены в таблице 2

Таблица 2 Метрологические характеристики дифрактометра

Диапазон сканирования для регистрации дифрагированного рентгеновского излучения, градус: - сцинтилляционный детектор - полупроводниковый детектор	от 2 до 145 от 2 до 140
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения угловых позиций брэгговских отражений по 2Q, градус: - в диапазоне от 20 до 100 градусов включ. - в диапазоне св. 100 до 145 градусов	$\pm 0,01$ $\pm 0,01$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли (атомной доли),	± 3
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерений массовой доли (атомной доли), %	± 1
Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения параметров кристаллической решетки (размеров элементарной ячейки) в диапазоне от 0,01 до 0,20 нм, нм	$\pm 0,00004$
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения параметров кристаллической решетки, нм	$\pm 0,00001$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения отношения интегральных интенсивностей в диапазоне от 12 до 100 %, %: без приставки для вращения образца с увеличенными размерами областей когерентного рассеяния (блоков мозаики микроструктуры) с приставкой для вращения образца	± 31 ± 4
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения отношения интегральных интенсивностей, %	± 1

Основные технические характеристики дифрактометра «MiniFlex 600» представлены в таблице 3

Таблица 3 Технические характеристики дифрактометра

Напряжение на аноде рентгеновской трубки, кВ	от 20 до 40
Анодный ток рентгеновской трубки, мА	от 2 до 15
Время установления рабочего режима, мин, не более	1
Габаритные размеры (ширина´ высота´ глубина), мм: Основной шкаф Устройство охлаждения (опция)	560x700x460 460x570x510
Масса, кг: Основной шкаф Устройство охлаждения (опция)	приблизительно 80 приблизительно 50
Напряжение переменного тока для питания установки, В Частота переменного тока, Гц	от 100 до 240 ± 1 % 50/60 ± 10 %
Рабочие условия эксплуатации: Температура окружающей среды, °С Относительная влажность (при +25°С), % Диапазон атмосферного давления, кПа (мм рт. ст.) Продолжительность непрерывной работы, ч	от +15 до +25 не более 65 от 84 до 107 (от 630 до 800) без ограничений

Знак утверждения типа

Знак утверждения типа наносится на титульный лист Паспорта методом компьютерной графики и на задней стенке корпуса установки, наклейкой, с указанием модели дифрактометра, заводского номера и даты выпуска, см. рисунок 2.



Рисунок 2. Вид со стороны задней стенки.

Комплектность средства измерений

Комплектность поставки дифрактометров рентгеновских настольных для фазового состава «MiniFlex 600» указана в таблицах 4, 5.

Таблица 4. Комплектность поставки.

Название по каталогу	Наименование	Количество	Примечание
дифрактометр в составе	Основной блок «MiniFlex 600»	1	
	Сетевой кабель (LAN)	1	
	Компьютер	1	
	Силовой кабель	1	
	Ящик с принадлежностями	1	
Другие принадлежности	Шланги для охлаждающей воды	10 м	Поливинилхлоридные армированные шланги Tetron Внутренний диаметр 9 мм Внешний диаметр 15 мм
	Соединения для шлангов охлаждающей воды	2	
	Фиксирующая пластина для выключателя OFF	1 набор	

Название по каталогу	Наименование	Количество	Примечание
Стандартное программное обеспечение:	MiniFlex Guidance - управляющая программа MiniFlex PDXL Basic Software - Базовый блок программ пакета PDXL Программы для определения характеристик фазового состава (метод Ритвельда, количественного фазового анализа методом использования баз данных, метод добавок) Установочный диск USB-ключ заглушка	1 1 1	
Документация	Спецификация (Паспорт) Методика поверки “ Дифрактометры рентгеновские настольные для фазового состава «MiniFlex 600»” Руководство по безопасному использованию Руководство по эксплуатации Руководство по эксплуатации программного обеспечения PDXL Руководство по качественному фазовому анализу Руководство по количественному фазовому анализу Руководство по анализу дифракционной картины и определения состава с помощью метода Ритвельда Руководство по эксплуатации приставок-держателей образца Руководство для проведения комплексного анализа данных порошковой рентгеновской дифракции	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	
Дополнительно (опционально):		1	Поставляются по согласованию с покупателем

Название по каталогу	Наименование	Количество	Примечание
Дополнительное оборудование	Монохроматор на дифрагированном пучке	1	Поставляются по согласованию с покупателем
	Высокоскоростной одномерный (1D) детектор D/teX Ultra	1	
	Устройство для вращения образца	1	
	Устройство прижима образцов	1	
	Автозагрузчик на 6 образцов		
	Приставка для защиты от влияния атмосферы (приставка для установки образца в безвоздушной атмосфере)	1	
	Низкофоновые кремниевые кюветы	1	
	Программный пакет PDXL-дополнительное или расширенное программное обеспечение для порошковой дифрактометрии	1	
	-ICDD программное обеспечение;	1	
	-ICDD база данных (база данных для количественного анализа);	1	

Таблица 5. Список средств метрологического контроля¹⁾

Наименование	Кол-во
Средства метрологического обеспечения: Набор (комплект) стандартных образцов (СО)	1 (один) комплект
Комплект стандартных образцов дифракционных свойств, используемых при поверке: - СО для контроля определения состава фаз и их структурных параметров ГСО 10660-2015 ПРФС-23а,в, (купрат иттрия-бария) и др. ²⁾ - СО для контроля проведения количественного фазового состава, ГСО 9574-2010 ПРФ-12, (гексаборид лантана) и др. ²⁾ - СО для контроля определения состава с использование баз данных о параметрах кристаллической решетки (СО параметра кристаллической решетки), ГСО 7891-2001 ПР-1(ПРФ-9а), (силицид ванадия) и др. ²⁾	

Наименование	Кол-во
Дополнительные стандартные образцы и меры могут быть использованы для более полного метрологического обеспечения согласно опциям, применений дифрактометров, указанным в Спецификации (паспорте) на дифрактометр, например, с учетом атомного номера анализируемых веществ и при дополнительных применениях ¹⁾ , включая при анализе образцов с различными типами смесей фаз, с различными коэффициентами поглощения, с различной дисперсностью, для определения микронапряжений, размера областей когерентного рассеяния (размера кристаллитов и блоков мозаики), степени кристалличности и др.). Соответствующие дополнительные метрологические характеристики для этих применений включаются в Описание типа в поверки после проведения соответствующих дополнительных испытаний, поставляются как опция (изготовитель ФГУП «ВНИИМС»)	1 (один) комплект Поставляются по согласованию с покупателем.
Примечания: ¹⁾ Комплектность поставки дополнительных стандартных образцов и мер может изменяться по согласованию с Заказчиком в зависимости от используемых дополнительных применений дифрактометров. Для поверки дифрактометров с использованием по дополнительным назначениям и с использованием различных приставок, влияющих на метрологические характеристики, необходимо расширение программы испытаний и дополнительные испытания с целью внесения изменений в описание типа и методику поверки, либо проведение испытаний единичных образцов настольных рентгеновских дифрактометров (с определенными конкретными заводскими номерами, и последующим включением этих испытанных образцов дифрактометров в Госреестр). ²⁾ возможно использование других типов ГСО дифракционных свойств утвержденного типа, обеспечивающих соответствующее определение фазового состава с теми же уровнями погрешности результатов измерений.	

Поверка

осуществляется по методике поверки МП 64487-16 «Дифрактометры рентгеновские настольные для фазового состава «MiniFlex 600», Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИМС» и АО «НИЦПВ» 14.05.2016 г.

Основные средства поверки: комплект стандартных образцов: ГСО 10660-2015 ПРФС-23а, в, ГСО 7891-2001 ПР-1 (ПРФ-9а), ГСО 9574-2010 ПРФ-12.

Таблица 6. Основные метрологические характеристики стандартных образцов:

Аттестованные характеристики СО	Обозначение единицы величины	Аттестованные значения СО	Погрешность аттестованного значения СО при P=0,95
ГСО 9574-2010 ПРФ-12 Параметр кристаллической решетки	нм	0,41569	0,00002
ГСО 7891-2001 ПР-1 (ПРФ-9а) Параметр кристаллической решетки	нм	0,47249	0,00002
ГСО 10660-2015 ПРФС-23а,в Параметры кристаллической решетки	нм	0,3823 0,2887 1,168	0,0003 0,0002 0,001

Сведения о методиках (методах) измерений

Методика измерений структурных характеристик материалов методом рентгеноструктурного анализа, № 702/06-09 (ФР.1.31.2009.06707).

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к дифрактометрам

Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности СП 2.6.1.2612-10

Нормы радиационной безопасности НРБ –99/2009

Санитарные правила и нормативы СанПиН 2.6.1.2523 – 09;

Техническая документация фирмы «Rigaku Corporation», Япония

Изготовитель

Фирма «Rigaku Corporation», Япония.

Адрес: 4-14-4, Sendagaya, Shibuya-ku Tokyo 151-0051, Japan

Испытательный центр

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»)

Адрес: 119361, г. Москва, ул. Озерная, д.46; Тел./факс: (495)437-55-77 / 437-56-66;

E-mail: office@vniims.ru, www.vniims.ru

Аттестат аккредитации ФГУП «ВНИИМС» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № 30004-13 от 26.07.2013 г.

АО «НИЦПВ»

Адрес: 119361, г. Москва, ул. Новаторов, д.40, корп1; Тел./факс: (495)935-97-77 / 935-96-60;

E-mail: fgupnicpv@mail.ru

Аттестат аккредитации ФГУП «ГЦИ АО «НИЦПВ» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа RA.RU.311403\ 30036-10 от 01.07.2015 г.

Заместитель

Руководителя Федерального

агентства по техническому

регулированию и метрологии

С.С. Голубев

М.п.

«___»_____2016 г.