

СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

Государственная система обеспечения единства измерений

**Дифрактометры рентгеновские
модели ДРОН-8Н и ДРОН-8Т**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2379-2020

И.о. руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ А.В. Колобова

Ведущий инженер
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург
2021 г.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские модели ДРОН-8Н и ДРОН-8Т (далее – дифрактометры), изготавливаемые АО «ИЦ «Буревестник», г. Санкт-Петербург, со следующими блоками детектирования:

- сцинтилляционный точечный детектор БДС 25-10,
- линейный позиционно-чувствительный детектор DECTRIS MYTHEN2 R 1D,
- линейный позиционно-чувствительный детектор DECTRIS MYTHEN2 R 1K

и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 2 года.

Прослеживаемость результатов измерений, получаемых с помощью дифрактометра, осуществляется при реализации на нем методов (методик) измерений путем использования стандартных образцов с подтвержденной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения»

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым СИ величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки в сокращенном объеме с использованием одного блока детектирования в соответствии с запросом потребителя и в зависимости от того, какой блок детектирования (сцинтилляционный точечный детектор БДС 25-10, линейный позиционно-чувствительный детектор DECTRIS MYTHEN2 R 1D, линейный позиционно-чувствительный детектор DECTRIS MYTHEN2 R 1K) установлен на поверяемом дифрактометре.

2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1- Перечень операций поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7	да	да
Подготовка к поверке и опробование	8	да	да
Проверка программного обеспечения	9	да	да
Определение метрологических характеристик	10	да	да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	да	да

2.2 Операции по проведению опробования и определению метрологических характеристик, проводят для каждого из блоков детектирования, входящих в комплект поставки дифрактометра.

2.3 Методикой поверки допускается проведение поверки меньшего количества блоков детектирования из состава дифрактометра с обязательным указанием в свидетельстве о поверке сведений о поверенных блоках детектирования.

3. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +10 до +35;
(при допуске колебании температуры за время поверки не более, чем на $\pm 2^\circ\text{C}$)
- относительная влажность воздуха, % не более 80

4. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1. Поверка дифрактометров должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации дифрактометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4.3. При выполнении операций поверки допускается участие оператора, обслуживающего дифрактометр, или сервис-инженера (под контролем поверителя).

5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Номер пункта МП	Наименование и тип средства поверки Основные технические характеристики средства поверки.
8, 10	ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b) Параметры кристаллической решетки: $a=0,4759137$ нм, расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) $0,0000080$ нм; $c=1,299337$ нм, расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) $0,000015$ нм. Относительная интенсивность дифракционных максимумов от 8,17 до 87,79 %; расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) от 0,07 до 0,63 %
8, 10	Термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (например, термогигрометр электронный CENTER, № в ФИФ по ОЕИ 22129-09) Диапазон измерений относительной влажности воздуха от 10 до 100 %, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерения относительной влажности ± 3 %. Диапазон измерений температуры окружающего воздуха от +5 до +40 °С; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерения температуры $\pm 0,8$ °С.

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик дифрактометра с требуемой точностью.

5.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы действующие паспорта.

6. ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1. Требования безопасности должны соответствовать правилами и нормами, изложенным в руководстве по эксплуатации дифрактометров рентгеновских моделей ДРОН-8Н и ДРОН-8Т.

6.2. При проведении операций по поверке следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР

7.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида дифрактометра описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- соблюдение требований по защите дифрактометра от несанкционированного доступа, указанных в описании типа СИ: наличие и целостность пломб в соответствии с требованиями эксплуатационной документации;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей дифрактометр;
- отсутствие на наружных поверхностях дифрактометра повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции, чистоту разъемов;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.2. В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки они должны быть устранены до начала поверки.

8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ

8.1. Подготовку дифрактометра к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации дифрактометров рентгеновских моделей ДРОН-8Н и ДРОН-8Т и Руководстве оператора программного комплекса Data Collection.

8.2. Если дифрактометр и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в пункте «Требования к условиям поверки» настоящей МП, то их следует выдержать при этих условиях не менее часа или времени, указанного в эксплуатационной документации наверяемый дифрактометр и средства поверки.

8.3. Опробование дифрактометра заключается в его включении в соответствии с руководством по эксплуатации (РЭ) и руководством оператора ПО Data Collection, выполнении процедуры «Инициализация» в соответствии с РЭ. Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на мониторе ПК после загрузки ПО Data Collection не появляются сообщений об ошибках.

9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

9.1. Определение идентификационных данных ПО Data Collection.

В главном меню окна ПО Data Collection открыть меню «Справка», в раскрывающемся списке выбрать подменю «О программе». В открывшемся окне приведено наименование ПО Data Collection. Пример окна идентификации наименования ПО приведен на рисунке 1.

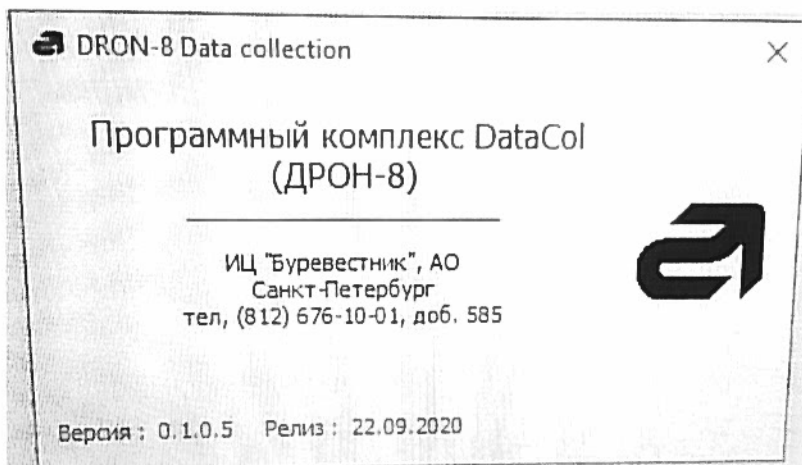


Рисунок 1. Окно с идентификационным наименованием ПО Data Collection

В главном меню окна ПО Data Collection открыть меню «Информация», в раскрывающемся списке выбрать подменю «Идентификационные данные». В открывшемся окне приведены наименования и номера версий ПО Data Collection, цифровые идентификаторы исполняемого файла DataCol.exe. Пример окна идентификации наименований ПО, номеров версий и цифровых идентификаторов ПО Data Collection приведен на рисунке 2.

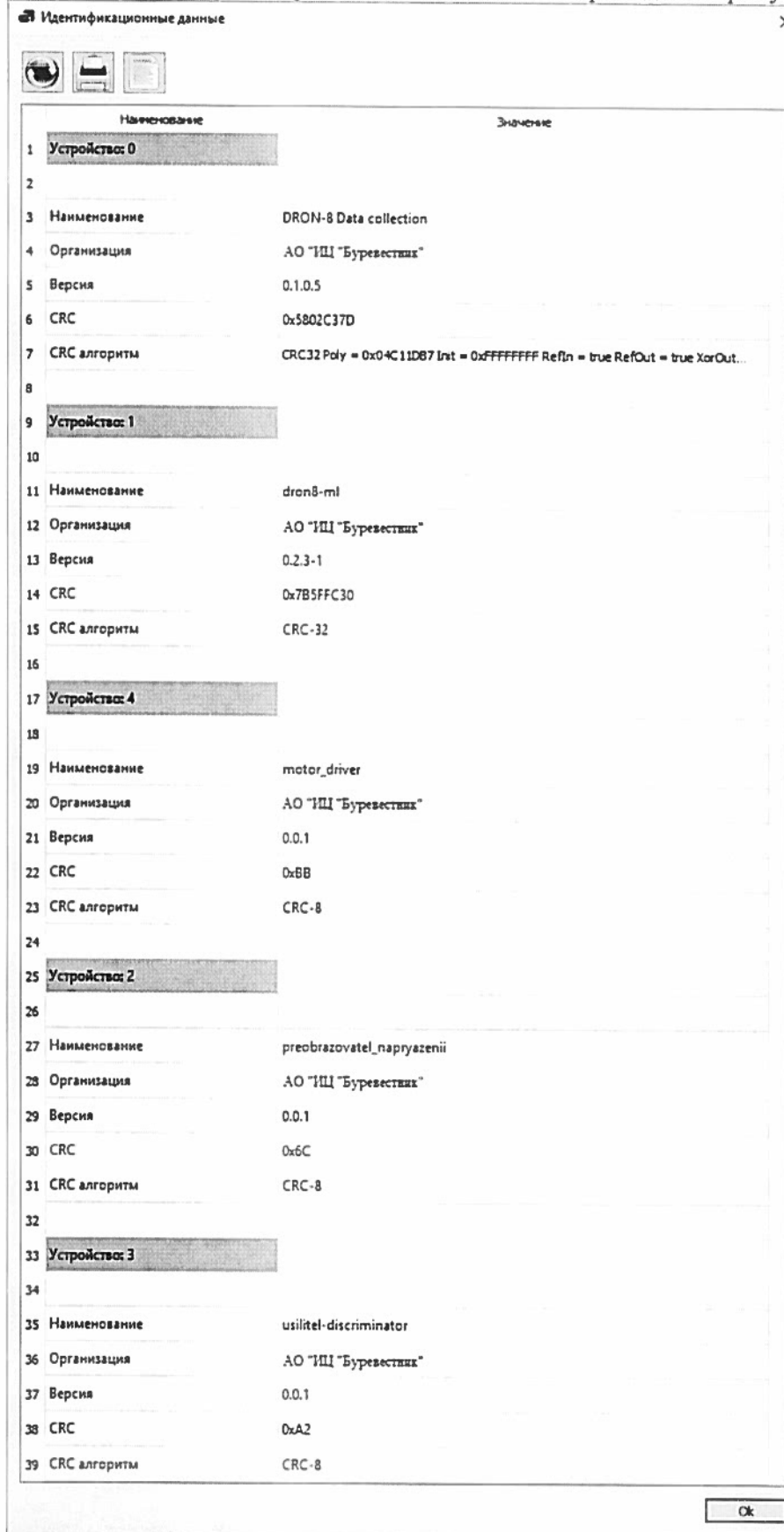


Рисунок 2. Окно с номерами версий и с цифровыми идентификаторами ПО Data Collection.

9.2. Дифрактометр считается выдержавшим поверку по п. 9, если версия программы верхнего уровня DRON-8 Data collection не ниже 0.1.0.5, версия программы среднего уровня dron8-m1 не ниже 0.2.3-1, версии программ нижнего уровня не ниже 0.0.1, а полные версии и цифровые идентификаторы ПО Data Collection совпадают с указанными в паспорте на поверяемый дифрактометр.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

10.1. Проверка диапазона измерений углов дифракции ϑ_D и диапазона угловых перемещений кронштейна рентгеновской трубки ϑ_F

10.1.1. Для проведения измерений по пункту 10.1 применяют ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

10.1.2. Установить в прибор образец дифракционных свойств кристаллической решетки, указанный в п. 10.1.

Проверку проводить в соответствии с таблицами 3 - 6 в автоматическом режиме отдельно для кронштейна блока детектирования (угол ϑ_D) и для кронштейна рентгеновской трубки (угол ϑ_F). Измерения выполняются в соответствии с п. 11.8.1 руководства по эксплуатации дифрактометров рентгеновских моделей ДРОН-8Н и ДРОН-8Т и руководством оператора «Программное обеспечение Data Collection для управления и сбора данных».

Таблица 3. Диапазоны измерений углов дифракции и шаг сканирования для проверки дифрактометров с сцинтилляционным точечным детектором БДС 25-10.

Диапазон измерений углов дифракции ϑ_D , градусы		
Начальный угол $\vartheta_{Dн}$	Конечный угол $\vartheta_{Dк}$	Шаг сканирования $\Delta(\vartheta_D)$
минус 5,00	0,00	1,00
0,00	100,00	10,00
100,00	150,00	5,00
150,00	164,00	1,00
164,00 ¹⁾	164,96 ¹⁾	0,02 ¹⁾
164,00 ²⁾	164,99 ²⁾	0,01 ²⁾
164,960 ¹⁾	165,000 ¹⁾	0,0005 ¹⁾
164,990 ²⁾	165,000 ²⁾	0,0001 ²⁾
¹⁾ – для дифрактометров рентгеновских модели ДРОН-8Н		
²⁾ – для дифрактометров рентгеновских модели ДРОН-8Т		

Таблица 4. Диапазоны измерений углов дифракции и шаг сканирования для проверки дифрактометров с линейным позиционно-чувствительным детектором DECTRIS MYTHEN2 R 1D.

Диапазон измерений углов дифракции ϑ_D , градусы		
Начальный угол $\vartheta_{Dн}$	Конечный угол $\vartheta_{Dк}$	Шаг сканирования $\Delta(\vartheta_D)$
минус 5,00	0,00	1,00
0,00	100,00	10,00
100,00	150,00	5,00
150,00	159,00	1,00
159,00 ¹⁾	159,96 ¹⁾	0,02 ¹⁾
159,00 ²⁾	159,99 ²⁾	0,01 ²⁾
159,960 ¹⁾	160,000 ¹⁾	0,0005 ¹⁾
159,990 ²⁾	160,000 ²⁾	0,0001 ²⁾
¹⁾ – для дифрактометров рентгеновских модели ДРОН-8Н		
²⁾ – для дифрактометров рентгеновских модели ДРОН-8Т		

Таблица 5. Диапазоны измерений углов дифракции и шаг сканирования для проверки дифрактометров с линейным позиционно-чувствительным детектором DECTRIS MYTHEN2 R 1K.

Диапазон измерений углов дифракции Θ_D , градусы		
Начальный угол $\Theta_{Dн}$	Конечный угол $\Theta_{Dк}$	Шаг сканирования $\Delta(\Theta_D)$
минус 5,00	0,00	1,00
0,00	100,00	10,00
100,00	140,00	5,00
140,00	151,00	1,00
151,00 ¹⁾	151,96 ¹⁾	0,02 ¹⁾
151,00 ²⁾	151,99 ²⁾	0,01 ²⁾
151,960 ¹⁾	152,000 ¹⁾	0,0005 ¹⁾
151,990 ²⁾	152,000 ²⁾	0,0001 ²⁾

1) – для дифрактометров рентгеновских модели ДРОН-8Н
2) – для дифрактометров рентгеновских модели ДРОН-8Т

Таблица 6. Диапазоны угловых перемещений кронштейна рентгеновской трубки и шаг сканирования для проверки дифрактометров (со всеми типами детекторов).

Диапазон угловых перемещений кронштейна рентгеновской трубки Θ_F , градусы		
Начальный угол $\Theta_{Fн}$	Конечный угол $\Theta_{Fк}$	Шаг сканирования $\Delta(\Theta_F)$
минус 5,00	0,00	1,00
0,00	50,00	10,00
50,00	90,00	5,00
90,00	94,00	1,00
94,00 ¹⁾	94,96 ¹⁾	0,02 ¹⁾
94,00 ²⁾	94,99 ²⁾	0,01 ²⁾
94,96 ¹⁾	95,00 ¹⁾	0,0005 ¹⁾
94,99 ²⁾	95,00 ²⁾	0,0001 ²⁾

1) – для дифрактометров рентгеновских модели ДРОН-8Н
2) – для дифрактометров рентгеновских модели ДРОН-8Т

10.2. Определение абсолютной погрешности измерения угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне

10.2.1. Для проведения измерений по пункту 10.2 применяют ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

10.2.2. Измерения проводят при помощи программной опции «Калибровка по стандарту» во вкладке «Другие функции» окна «Управление прибором» программы Data Collection в соответствии с руководством по эксплуатации дифрактометров и руководством оператора «Программное обеспечение Data Collection для управления и сбора данных» при следующих условиях:

Рентгеновская трубка	2,5БСВ-27 с Си анодом
Метод сканирования	9-9, дискретный
Ток анода рентгеновской трубки, А	30
Напряжение анода рентгеновской трубки, кВ	40
Размеры щелей на первичном пучке:	
экваториальная щель, мм	1,0
аксиальная щель, мм	8,0
экваториальная щель, мм	2,0
Размеры щелей на дифрагированном пучке:	
экваториальная (антирассеивающая) щель, мм	2,0
экваториальная щель, мм	0,1
(№ 2) регулируемая аксиальная щель, мм	8,0

Щель Соллера на первичном и дифрагированном пучке с расходимостью, градус	1,5
β -фильтр	Ni
Вращение образца	обязательно

10.2.3. В держатель образца установите ГСО 10440-2014 дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

10.2.4. В соответствии с п. 11.6.2.2 руководства по эксплуатации произведите вывод стандартного образца на ось гониометра.

10.2.5. С помощью программной функции «Калибровка по стандарту» ПО «Data Collection» в соответствии с п. 11.9 руководства по эксплуатации произведите калибровку по ГСО 10440-2014. Программа в автоматическом режиме выполнит серию сканирований в указанных диапазонах, аппроксимирует измеренные рефлексы, определит их угловые положения для $K\alpha_1$ -линии, рассчитает отклонения от табличных значений и по этим данным построит калибровочную кривую. Калибровка для дифрактометров, укомплектованных как сцинтилляционным точечным детектором БДС 25-10, так и позиционно-чувствительными детекторами DECTRIS MYTHEN2 R 1D / MYTHEN2 R 1K, производится идентичным образом. Исключение составляет только шаблон для калибровки. При использовании позиционно-чувствительного детектора необходимо выбрать калибровочный шаблон с пометкой «СБР». Отличие заключается в шаге сканирования и экспозиции: для БДС 25-10 – 0,01, экспозиция зависит от интенсивности пика; для MYTHEN2 R 1D / MYTHEN2 R 1K – 0,1, экспозиция 1 секунда. Также при использовании позиционно-чувствительного детектора задано количество активных каналов, которое равно 300, что делает процедуру одинаковой, как для MYTHEN2 R 1K (максимальное количество каналов 1280), так и для MYTHEN2 R 1D (максимальное количество каналов 640).

10.2.6. После окончания процедуры калибровки произведите проверку в соответствии с п. 11.9.12 Руководства по эксплуатации. При использовании детекторов MYTHEN2 R 1D / MYTHEN2 R 1K шаблон для проверки также следует выбрать с пометкой «СБР». Процедура проверки направлена на определение абсолютной погрешности измерения угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне для каждого типа детектора. Для БДС 25-10 используется 12 пиков, для MYTHEN2 R 1D / MYTHEN2 R 1K используется 11 пиков.

10.3. Определение абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки.

10.3.1. Для проведения измерений по данному пункту применяют ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

10.3.2. После проведения процедуры проверки по п. 10.2.6 настоящей МП произведите проверку абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки. Расчет осуществляется при помощи программной функции «Расчет ПЭЯ» программы «Data Collection» во вкладке «Калибровка по стандарту». Для перехода к расчету необходимо нажать на кнопку «Окно ПЭЯ».

10.3.3. Расчет производится по угловым положениям измеренных рефлексов ГСО 10440-2014 (таблица 7). Рассчитываются параметры кристаллической решетки a и c для Al_2O_3 и абсолютные погрешности измерения параметров кристаллической решетки Δa и Δc . Результаты выводятся на дисплей монитора.

Таблица 7

Угловые положения максимумов $2\theta_{\text{K}\alpha 1}^{\text{ГСО}}$, градусы	Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, hkl)		
	h	k	l
25,575	0	1	2
35,147	1	0	4
43,351	1	1	3
57,495	1	1	6
61,297	0	1	8
68,207	3	0	0
88,989	0	2	10
101,066	2	1	10
127,669	1	3	10
136,063	4	1	6
142,292	1	1	15
152,402 ¹⁾	3	3	0

¹⁾ - не используется с детекторами DECTRIS MYTHEN2 R 1K и MYTHEN2 R 1D

11. ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1. Дифрактометр считается выдержавшим поверку по п. 10.1, если диапазоны измерений углов дифракции θ_D составляют от минус 5° до $+165^\circ$ для дифрактометров с сцинтилляционным точечным детектором БДС 25-10, от минус 5° до $+160^\circ$ для дифрактометров с линейным позиционно-чувствительным детектором DECTRIS MYTHEN2 R 1D, от минус 5° до $+152^\circ$ для дифрактометров с линейным позиционно-чувствительным детектором DECTRIS MYTHEN2 R 1K; диапазон угловых перемещений кронштейна рентгеновской трубки θ_F составляет от минус 5° до $+95^\circ$.

11.2. Дифрактометры считать выдержавшими поверку по п. 10.2, если абсолютная погрешность измерения угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне не превышает $\pm 0,01^\circ$.

11.3. Дифрактометры считать выдержавшими поверку по п. 10.3, если абсолютная погрешность определения параметров кристаллической решетки не превышает $\pm 0,0001$ нм для параметра a и $\pm 0,0010$ нм для параметра c.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1. Сведения о результатах поверки СИ должны быть переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в установленном порядке.

12.2. Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными, и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

12.3. Дифрактометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

12.4. С целью соблюдения требований по защите от несанкционированного вмешательства дифрактометр должен быть опломбирован в соответствии с требованиями эксплуатационной документации и результаты проверки программного обеспечения удовлетворяют требованиям в описании типа на СИ и совпадают с указанными в паспорте на поверяемый прибор.

12.5. Знак поверки наносится на переднюю панель дифрактометра и (или) на свидетельство о поверке.

12.6. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.