

Приложение к свидетельству
№ 40502 об утверждении типа
средств измерений

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИМС»



В.Н. Яншин

2010 года

ОПИСАНИЕ ТИПА ДЛЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ

Дифрактометры рентгеновские «Ultima IV», модификации «Ultima IV Protectus 185» и «Ultima IV 285»	Внесены в Государственный реестр средств измерений Регистрационный № <u>44964-10</u> Взамен № _____
--	---

Выпускаются по технической документации фирмы «Rigaku Corporation», Япония

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Дифрактометры рентгеновские «Ultima IV», модификации «Ultima IV Protectus 185» и «Ultima IV 285» (далее «Ultima IV»), предназначены для измерения углового распределения интенсивности отраженного пучка рентгеновских лучей. Основные назначения дифрактометра:

- определение угловой позиции максимумов (в упрощенных вариантах обработки данных - центров тяжести) дифракционных отражений (Брэгговских отражений), определение параметров кристаллической решетки, оценка качественного фазового состава с использованием баз кристаллографических данных и с использованием калибровочных зависимостей состав-параметр кристаллической решетки;

- определение интегральных интенсивностей Брэгговских отражений, их отношений и проведение на основе этих данных качественного и количественного фазового анализа веществ и материалов;

- определение интегральной ширины и полуширины Брэгговских отражений, расчет вкладов структурных несовершенств - дефектов строения кристаллической решетки («физических вкладов») в интегральную ширину, (в величину «физического уширения» дифракционных отражений), расчёт на их основе угловой зависимости этих вкладов характеристик микроструктуры (микронапряжений и размеров областей когерентного рассеяния).

Область применения: металлургия, геология, машиностроение, электронная, фармацевтическая и энергетическая промышленность, охрана окружающей среды, строительство, таможенный надзор, научные исследования и др.

ОПИСАНИЕ

Принцип действия дифрактометра основан на дифракции рентгеновских лучей от атомных плоскостей кристаллической решетки исследуемого вещества. Направляемый из источника пучок рентгеновских лучей отражается от кристаллографических плоскостей и фокусируется на приемной щели детектора. Регистрация дифракционной картины углового распределения отражаемых импульсов (для выделения возникающих Брэгговских отражений от систем различных кристаллографических плоскостей) осуществляется сцинтилляционным детектором - счетчиком количества зарегистрированных импульсов. Методики измерений и обработки данных изложены в руководстве по эксплуатации № ME11559A02. Методики измерений и обработки данных для ГСО и мер, используемых при проведении испытаний и поверки, изложены в прилагаемых Инструкциях по применению этих ГСО и мер.

Дифрактометры рентгеновские «Ultima IV» представляют собой стационарный прибор. Конструктивно прибор выполнен в виде отдельных модулей, связанных между собой и управляемых от персонального компьютера. Прибор изготавливается в модификациях: модификация с радиусом гониометра 185 мм «Ultima IV Protectus 185» и с радиусом гониометра 285 мм «Ultima IV 285» с диапазоном регистрации от -3 до 162 градус в зависимости от используемой геометрии рентгенографирования. Прибор состоит из базовой платформы, источника рентгеновского излучения (включая рентгеновскую трубку), гониометра, детектора, блока электроники и компьютера для управления прибором и обработки данных. Управление дифрактометром, юстировка, сбор первичных данных, их обработка и вычисление характеристик анализируемых образцов в соответствии с назначениями дифрактометров осуществляются с помощью поставляемого программного обеспечения, устанавливаемого на персональный компьютер. Компоненты программного обеспечения имеют защиту от несанкционированного копирования, настройки и вмешательства, которые могут привести к непреднамеренному и преднамеренному искажению результатов измерений.

ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ:

Радиус гониометра, мм, модификация «Ultima IV Protectus 185» модификация «Ultima IV 285»	185 285
Диапазон измерений углов дифракции (2θ) (Брэгговских отражений), градус	
модификация «Ultima IV Protectus 185», при установленном монохроматоре	$\theta D/\theta S$ связанные от -3 до 162 до 154 θS независимая -1,5 – +77 θD независимая -5 – +154
Минимальное значение шага, градус	$\theta D, \theta S$ согласованное 0,0002 $\theta D, \theta S$ независимые 0,0001
модификация «Ultima IV 285» при установленном монохроматоре	$\theta D/\theta S$ связанные от -3 до 162 до 154 θS независимая -1,5 – +77 θD независимая -5 – +154
Минимальное значение шага:	$\theta D, \theta S$ согласованное 0.0002 $\theta D, \theta S$ независимые 0.0001
Напряжение на аноде рентгеновской трубки, кВ, Анодный ток рентгеновской трубки, мА, Время установления рабочего режима, мин,	не более 50 не более 60 не более 30
Габаритные размеры длина×ширина×высота (без компьютера), мм:	
модификации «Ultima IV Protectus 185»	1100x814x1630
модификации «Ultima IV 285»	1100x814x1630
модификации «Ultima IV 285» с увеличенным кожухом	1100x1075x1630
Масса, кг, (без компьютера, охлаждающего блока и трансформаторов)	
модификация «Ultima IV Protectus 185», кг,	не более 700
модификация «Ultima IV 285», кг,	не более 700
Напряжение питания установки частотой (50±1) Гц, В, Потребляемая мощность, (без компьютера и охлад. блока), В·А,	380±10 % не более 5000
Диапазон рабочих температур, °С, Относительная влажность (при 25 °С), %, Диапазон атмосферного давления, кПа (мм рт. ст.),	от +15 до +25 не более 70 84-107 (630-800)
Продолжительность непрерывной работы, ч,	без ограничений
Время наработки на отказ, ч,	не менее 2000
Мощность эквивалентной дозы в рабочем положении в любой точке на расстоянии 0,1 м от поверхности защиты, мкЗв/ч,	не более 1,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения	

параметров кристаллической решетки, нм, $\pm 0,0002$
 Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения параметров кристаллической решетки, нм, $\pm 0,0001$

Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерения угловых позиций Брэгговских отражений по 2Θ , градус:
 на диапазоне 20-100 градус, $\pm 0,02$
 на диапазоне 100-160 градус, $\pm 0,04$

Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения отношения интегральных интенсивностей, %, ± 5
 Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения отношения интегральных интенсивностей, %, ± 3

Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения ширины на полувысоте FWHM Брэгговских отражений по 2Θ , градус $\pm 0,02$
 Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения интегральной ширины Брэгговских отражений по 2Θ , градус $\pm 0,02$

Пределы допускаемой абсолютной погрешности определения "физического уширения" Брэгговских отражений по 2Θ , градус:
 для отражений с интегральной интенсивностью более 5% $\pm 0,15$
 для высокоугловых отражений и с интенсивностью менее 5 % от максимального Брэгговского отражения $\pm 0,35$

Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности определения "физического уширения" Брэгговских отражений по 2Θ , градус:
 для отражений с интегральной интенсивностью более 5% $\pm 0,07$
 для высокоугловых отражений и с интенсивностью менее 5 % от максимального Брэгговского отражения $\pm 0,12$

ЗНАК УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА

Знак утверждения типа наносится на титульный лист Паспорта методом компьютерной графики и на корпус прибора, окрашиванием, с указанием названия прибора, модели, заводского номера и даты выпуска.

КОМПЛЕКТНОСТЬ

Комплектность поставки дифрактометров рентгеновских «Ultima IV» (обеих модификаций) указана в таблице

	Наименование	Единица измерения	Кол-во шт.
	Дифрактометр рентгеновский «Ultima IV» в том числе:	шт.	1

	Комплект руководства по использованию дифрактометра и программного обеспечения	комп.	2
	Спецификация (паспорт)	экз.	1
	Методика поверки	экз.	1
	Упаковочный лист	шт.	1
	Основной блок	шт.	1
1	Рентгеновский генератор		
1.1	Рентгеновский генератор, 3 кВт	шт.	1
1.2	Высоковольтный кабель, сетевой кабель, кабель заземления	комп.	1
1.3	Рентгеновская трубка (Cu-изл., другие – опция)	шт.	1
1.4	Автоматическая заслонка для рентгеновского пучка	шт.	1
1.5	Теплообменник (опция) с комплектом шлангов	шт.	1
1.6	Понижающий трансформатор 380/200 В (может быть исключен из комплектации по требованию заказчика)	шт.	1
2	Базовая платформа		
2.1	Стандартный стол	шт.	1
2.2	Защитный кожух, стандартный	шт.	1
	Расширенный защитный кожух [опция]	шт.	1
3	Гониометр		
3.1	Гониометр	шт.	1
3.2	Щели (по выбору, в соответствии с задачами измерений):		
	Тип 1: Фиксированные щели.		
	Щель на падающем пучке (DS) 0.05 мм, 1/2°, 1°	шт.	1
	Антирассеивающая щель (SS) 1/2°, 1°	шт.	1
	Приемная щель (RS) 0,15 мм, 0,3 мм	шт.	1
	Щели по высоте: 2.0 мм, 5.0 мм, открытые	комп.	1
	Кв фильтр: Ni-фильтр для медного излучения	шт.	1
	Тип 2: Управляемые компьютером программируемые автоматические щели [опция]		
	Щель на падающем пучке (DS) 0.05 – 7.00 мм, шаг 0.01 мм	шт.	1
	Антирассеивающая щель (SS) 0.05 – 7.00 мм, шаг 0.01	шт.	1
	Приемная щель (RS) 0.05 – 7.00 мм, шаг 0.01 мм.	шт.	1
	Щели по высоте: 2.0 мм, 5.0 мм, открытые	комп.	1
	Кв фильтр: Ni-фильтр для медного излучения	шт.	1
	Тип 3: Управляемые компьютером программируемые автоматические щели [опция]		
	Щель на падающем пучке (DS) 0.05 – 7.00 мм, шаг 0.01 мм	шт.	1
	Антирассеивающая щель (SS) 0.05 – 20.00 мм, шаг 0.01	шт.	1
	Приемная щель (RS) 0.05 – 20.00 мм, шаг 0.01 мм.	шт.	1
	Щели по высоте: 2.0 мм, 5.0 мм, открытые	комп.	1

	КВ фильтр: Ni-фильтр для медного излучения, 20 мм	шт.	1
3.3	Оптическая система		
	Щели Соллера на падающем пучке: Угловое расхождение 5.0 °	шт.	1
	Щели Соллера на падающем пучке: Угловое расхождение 2.5 ° [опция]	шт.	
	Щели Соллера на дифрагированном пучке: Угловое расхождение 5.0 °	шт.	1
	Щели Соллера на дифрагированном пучке: Угловое расхождение 2.5 ° [опция]	шт.	1
	Параллельно щелевой анализатор PSA (для параллельного пучка) : Угловое расхождение 0.5 ° [опция]	шт.	1
	Параллельно щелевой анализатор PSA (для параллельного пучка) : Угловое расхождение 0.114 ° [опция]	шт.	1
3.4	Графитовый фиксированный монохроматор [опция]		
	Монохроматор для Си-излучения для использования в геометрии Брэгга-Брентано на дифрагированном пучке [опция].	шт.	1
	Монохроматор для Си-излучения для использования в геометрии Брэгга-Брентано и параллельном пучке на дифрагированном пучке [опция].	шт.	1
	Монохроматоры для других типов излучения [опция].	шт.	1
3.5	Многослойное параболическое зеркало (СВО) для формирования параллельного пучка [опция]	шт.	1
3.6	Фокусирующая оптика (СВО-f) для локального анализа [опция]	шт.	1
3.7	Ge(220) монохроматор двукратного отражения на первичный пучок [опция]	шт.	1
4	Детектор рентгеновского излучения и контроллер		
4.1	Сцинтилляционный детектор	шт.	1
4.2	Высококочувствительный скоростной детектор D/tex Ultra [опция]	шт.	1
5	Стандартное программное обеспечение		
5.1	ПО для установки параметров системы и изменения конфигурации	шт.	1
5.2	ПО для управления источником рентгеновского излучения (управление напряжением и током, заслонкой, тренировка трубки)	шт.	1
5.3	ПО для выполнения автоматической юстировки (автоматическая юстировка гониометра и приставок, настройка параметров детектора, высокого напряжения на детекторе и коррекция потерь счета)	шт.	1
5.4	ПО для проведения измерений в ручном режиме (ручное управление щелями, всеми осями и детектором)	шт.	1
5.5	ПО для проведения стандартных измерений	шт.	1
5.6	ПО поиска пиков	шт.	1

5.7	ПО отображения данных из нескольких файлов	шт.	1
5.8	ПО определения интегральной интенсивности (в том числе сглаживание профиля, выделение фона, разделение дублета)	шт.	1
5.9	ПО отображения и редактирования параметров измерений	шт.	1
5.10	ПО перевода данных из бинарного формата в ASCII формат и текстовый формат	шт.	1
6	Прикладное программное обеспечение [опция]		
6.1	PDXL Basic Package (основной пакет)	шт.	1
6.2	Дополнительные приложения к PDXL	шт.	1
	PDXL Qualitative analysis (качественный анализ)	шт.	1
	PDXL Quantitative analysis (количественный анализ)	шт.	1
	PDXL Comprehensive analysis (полный анализ)	шт.	1
	PDXL Rietveld analysis (Ритвельд)	шт.	1
6.3	База данных ICDD PDF-2 (или другие – по заказу)	шт.	1
6.4	База данных CRYSTMET-X (кристаллографические данные для металлов, включая сплавы, интерметаллиды и минералы)	шт.	1
6.5	Positive Pole Figure (прямые полюсные фигуры)	шт.	1
6.6	Inverse Pole Figure (обратные полюсные фигуры)	шт.	1
6.7	Residual Stress (остаточные напряжения)	шт.	1
6.8	3D Explore RSM&PF (трехмерное отображение и обработка карты обратного пространства и данных полюсных фигур)	шт.	1
6.9	Long Periodicity (анализ материалов с большим периодом решетки)	шт.	1
6.10	NANO-Solver (анализ распределения размера частиц/пор и анализ длины корреляции с использованием уточнения данных полученных на основе данных малоуглового рассеяния)	шт.	1
6.11	Pore-Size Analysis (анализ распределения размера частиц/пор и анализ диффузного рассеяния с помощью уточнения кривых качания и данных малоуглового рассеяния, полученных методом на отражение)	шт.	1
6.12	GXRR (моделирование многослойных структур и анализ данных многослойных образцов, полученных с помощью метода рефлектометрии).	шт.	1
6.13	Rocking Curve simulation (моделирование кривых качания)	шт.	1
7	Набор дополнительных принадлежностей		
7.1	Центрирующая щель	шт.	1
7.2	Юстировочная пластина	шт.	1
7.3	Пластина для корректировки потерь счета	шт.	1
7.4	Набор поглотителей рентгеновского излучения - медные пластины толщиной 0.3мм 4 шт. - алюминиевые пластины толщиной 0.2мм 4 шт.	комп.	1

	- алюминиевые пластины толщиной 0.1мм	3 шт.		
7.5	Держатель поглотителей и фильтров	шт		1
7.6	Уровень	шт.		1
7.7	Набор шестигранных ключей 1-5 мм,	комп.		1
7.8	Комплект резиновых прокладок, 2 шт	комп.		1
8	Стандартная приставка для образцов			
8.1	Стандартная приставка	шт.		1
8.2	Стеклодержатель образца с углублением 0.5 мм	шт.		5
8.3	Стеклодержатель образца с углублением 0.2 мм	шт.		2
8.4	Алюминиевый держатель образца	шт.		2
9	Дополнительные приставки [опция]			
9.1	Приставка, обеспечивающая вращение образца при фазовом анализе	шт.		1
9.2	Приставка вращения образца с перемещением по оси Z	шт.		1
9.3	Приставка вращения капилляров	шт.		1
9.4	Герметичная приставка (вакуумная)	шт.		1
9.5	Многофункциональная приставка для анализа габаритных образцов (до 100 мм), для анализа текстуры, макронапряжений, тонких пленок	шт.		
9.6	Приставка для анализа малоуглового рассеяния	шт.		1
9.7	Многофункциональная тонкопленочная приставка	шт.		1
9.8	Приставка – автоматический загрузчик на 10 образцов	шт.		1
9.9	Приставка – автоматический загрузчик на 48 образцов	шт.		1
9.10	Приставка для локального анализа с подвижным столиком и CCD камерой	шт.		1
9.11	Высокотемпературная приставка (до температуры 1500°C) в комплекте с температурным контроллером и вакуумным насосом	комп.		1
9.12	Высокотемпературная приставка Reactor-X (Тк.. 1000°C) с высокоскоростным нагревом для работы в газовой атмосфере в комплекте с температурным контроллером и вакуумным насосом	комп.		1
9.13	Приставка для средних и низких температур и (диапазон от -180 до 350°C) в комплекте с температурным контроллером и вакуумным насосом	комп.		1
9.14	Приставка для анализа волокон	шт.		1
9.15	Приставка для анализа элементов аккумуляторов	шт.		1
9.16	XRD-DSC приспособление (совмещенный PCA и ДСК анализ) в диапазоне температур -40.. 350°C с контролем влажности	шт.		1
9.17	Температурная приставка (Тк.. 350°C) с контролем влажности	шт.		1
9.18	Дополнительный привод для управления углом поворота счетчика в плоскости тонкопленочного образца (in-plane)	шт.		1
10	Управляющий компьютер* в составе:			

	Процессор Intel Pentium Dual Core, частота не менее 1500 МГц, материнская плата, оперативная память не менее RAM 512 Mb, жесткий диск не менее 80 Гб, видеокарта, привод Combo DVD и CD ±RW или DVD±RW, USB-2.0, два или более порта RS232C (COM). ОС Windows XP Professional (лицензионная, английская версия)	шт.	1
	Монитор LCD не менее 17"	шт.	1
	Принтер струйный цветной	шт.	1
	Клавиатура	шт.	1
	Мышь	шт.	1
	RS232C кабель	шт.	1
	* может быть исключен из комплектации по требованию заказчика		
11	Средства метрологического обеспечения: набор обязательных и дополнительных стандартных образцов (СО) и мер на основе дифракционных свойств; объем обязательного набора СО определяется назначением конкретного дифрактометра (дополнительные СО поставляются как опция, могут быть заказаны, например в ФГУП «ВНИИМС»)		
11.1	Основные стандартные образцы дифракционных свойств используемые при поверке и для калибровки угловых позиций: - СО для определения параметров кристаллической решетки, (например, ПРИ-7а, ГСО 8631-2004 дифракционные свойства кристаллической решетки, оксид алюминия), (для калибровки второй СО, дифракционные свойства кристаллической решетки, например ГСО ПРФ-3 - кремний, обязателен при использовании позиционно-чувствительного детектора);	комп.	1
11.2	- для учета инструментальных вкладов в интегральные ширины Брэгговских отражений (полуширины Брэгговских отражений), ГСО ПРФ-3, кремний, (для учета формы профилей Брэгговских отражений с невысоким атомным номером компонент), ГСО ПРФ-12, гексаборид лантана (для учета формы профилей Брэгговских отражений веществ с повышенными атомными номерами компонент)		
11.3	- для контроля правильности определения физических вкладов (вкладов структурных несовершенств-микродефектов) в уширения при невысоких уровнях структурных дефектов (например, Мера физического уширения - кремний), МФУ-2-3 и при высоких уровнях структурных дефектов, (например, Мера физического уширения - сталь аустенитная), МФУ-2-4)		
11.4	для контроля измерений структурных параметров методами полнопрофильного анализа, включая методы Ритвелда (например, МЛКА-3-1, купрат иттрия-бария и др.)		

Примечание*: Комплектность поставки управляющего компьютера может изменяться по

согласованию с Заказчиком на комплектующие с характеристиками не хуже указанных в п.10.

Примечание**: Комплектность поставки Стандартных образцов может изменяться по согласованию с Заказчиком в зависимости от используемого назначения дифрактометра.

ПОВЕРКА

Поверка дифрактометров рентгеновских «Ultima IV» осуществляется в соответствии с документом “Дифрактометры рентгеновские «Ultima IV»” “Методика поверки”, являющимся приложением А к Руководствам по эксплуатации и утвержденным ГЦИ СИ ФГУП “ВНИИМС”

И.В.З 2010 г.

Межповерочный интервал – 1 год.

Основные средства поверки: Комплект стандартных образцов и мер на основе ГСО 8631-2004 ПРИ-7а (для контроля правильности определения параметров кристаллической решетки, контроля правильности определения отношений интегральных интенсивностей; контроля правильности определения ширины Брэгговских отражений для определений вкладов структурных несовершенств).

Нормативные и технические документы

1. ГОСТ Р 51350-99 "Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Общие требования".
2. Основные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99) СП 2.6.1.799-99.
3. Нормы радиационной безопасности (НРБ-99) СП 2.6.1.758-99.
4. СанПиН №5170-90. Санитарные правила работы с источниками низкоэнергетического рентгеновского излучения.
5. Руководство по эксплуатации -- рентгеновские дифрактометры серии «Ultima IV» ME13435A
6. Спецификация (Паспорт)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Тип дифрактометров рентгеновских «Ultima IV», модификации «Ultima IV Protectus 185» и «Ultima IV 285» утвержден с техническими и метрологическими характеристиками, приведенными в настоящем описании типа и метрологически обеспечен при выпуске из производства и в эксплуатации на территории Российской Федерации.

Имеется Санитарно-эпидемиологическое заключение об освобождении от радиационного контроля, учета и необходимости оформления лицензии на право работы с ними № 77.99.37.436.Д.001276.02.09. от 12.02.2009 г., выданное Федеральной службой по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека РФ.

Изготовитель: фирма «Rigaku Corporation», Япония.

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

Официальный представитель «Rigaku Corporation» в России и странах СНГ: фирма «Soliste Corporation»

Адрес: 123610, Россия, Москва, Краснопресненская наб., 12, ЦМТ, М-2, оф.732

Тел.: +7 495 967 0959

Факс: +7 495 967 0960

E-mail: info@soliste.ru

С описанием ознакомлены:

Директор Представительства Компании

«Соллист Корпорейшн» (Япония) в Москве



Т.Н. Белоус