Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева» ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Государственная система обеспечения единства измерений

Дифрактометры рентгеновские ARL Equinox (модели 100, 1000, 3000)

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ МП 242-2146-2017

> Зам.руководителя отдела госэталонов в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМ им Д.И.Менделеева»

А.В.Колобова

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург 2017 Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские ARL Equinox (модели 100, 1000, 3000) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Таблица 1 – Операции поверки

		Номер	Обязательность					
N⁰	Наименование операций	пункта	проведения					
п/п		методи	периодическая	первичная				
		ки	поверка	поверка				
1.	Внешний осмотр.	6.1	да	да				
2.	Опробование.	6.2	да	да				
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да				
4.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да				

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Таблица 2 – Средства поверки

N₂	Номер	Наименование, тип, марка эталонного	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ или основные
п/п	пункта	средства измерений или	технические и (или) метрологические
	МΠ	вспомогательного средства поверки.	характеристики
1.	6.4	Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия)	ГСО 10440-2014 (SRM 1976b)
2.	4.1	Термогигрометр электронный (любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ)	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 % Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °C; абсл. погрешность не более 0,5 °C.
3.	4.1	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (зарегистрирован под №3745-73 в Федеральном информационном фонде по ОЕИ)

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых дифрактометров с требуемой точностью.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на дифрактометры.

3.2. К проведению измерений при поверке допускаются лица, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации дифрактометра и имеющие удостоверение поверителя. Для получения данных по поверке допускается участие операторов, обслуживающих прибор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды (20 ± 5) °C;диапазон атмосферного давленияот 84 до 106,7 кПа;диапазон относительной влажности воздухане более 80 %;напряжение питания $(220^{+22} - 33)$ B;частота питания переменного тока (50 ± 1) Гц.Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Прогреть дифрактометр не менее 30 минут.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют: - отсутствие механических повреждений корпуса; -четкость маркировки.

6.2. Опробование

6.2.1. Опробование прибора происходит в автоматическом режиме.

6.2.2. Включить систему охлаждения (только для дифрактометров Equinox 1000 и Equinox 3000), затем включить питание прибора кнопкой «Power On». Затем включить управляющий компьютер и после загрузки операционной системы открыть окно Acquisition,



два раза щелкнув на значке Асклызием . После открытия окна начинается автоматическое тестирование прибора. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется информационное окно с кратким описанием конфигурации прибора, которое при нажатии кнопки ОК сменятся на стандартное окно Acquisition. В случае если прибор не прошел тестирование, на дисплее появляется сообщение об ошибке.

В случае успешного прохождения тестирования запустить также программный модуль



IMAD, два раза щелкнув на соответствующем значке:

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

6.3.1.При проверке соответствия программного обеспечения проводится проверка номера версии:

- программного модуля **IMAD**. Для вывода номера версии на дисплей использовать команду верхнего меню Help/About.

- программного модуля Acquisition (Inel servers); Для вывода номера версии следует

щелкнуть правой кнопкой мыши на значке **в с**истемном трее Windows и выбрать пункт

«About». Версия Inel Servers указана в верхней левой части появляющегося окна

About servers inel C Inel servers Version 4.8.9.1333

Дифрактометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3, если версии модулей не ниже :

- модуль ІМАД не ниже 4.В.

- модуль Acquisition (Inel servers) не ниже 1.8.

Версия ПО может иметь дополнительные буквенные или цифровые суффиксы после основного номера.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Перед выполнением операций, описанных в разделах 6.4.2-6.4.3 дифрактометр прогревают не менее 30 минут.

6.4.2. Определение абсолютной погрешности дифрактометра при измерении угловых положений дифракционных максимумов.

Проверка абсолютной погрешности дифрактометра при измерении угловых положений дифракционных максимумов проводится путем измерения дифракционных линий (104), (116) и (300).

6.4.2.1. Установить стандартный образец в держатель образца (см. Рис. 1) и закрыть защитную дверь корпуса дифрактометра.



Рисунок 1 - Установка образца для измерений

6.4.2.2. Включить высокое напряжение на детекторе (Рис. 2), включить рентгеновский генератор с помощью кнопки *Generator* и маркера *X-Rays* в появившемся окне (Рис. 3) и установить следующие параметры (для рентгеновской трубки с медным анодом; при

использовании рентгеновских трубок с иным материалом анода параметры источника устанавливаются в соответствии с Руководством по эксплуатации).

Таблица 3 – Параметры	источника излучения
-----------------------	---------------------

араметр	Equinox 100	Equinox 1000	Equinox 3000											
, кВ	30													
мА	1,66	30	30											
Marine Carl Party Strate C	0 ~ -													
	**													
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·												
1			· · ·											

Рисунок 2 - Включение высокого напряжения детектора (отмечено стрелкой)



Рисунок 3 - Включение рентгеновского генератора и установка режима работы источника.

6.4.2.3. Установить время регистрации дифрактограммы (Рис. 4) равным 600.0 секунд.



Рисунок 4 - Установка времени регистрации дифрактограммы (отмечено стрелкой).

6.4.2.4. Запустить регистрацию дифрактограммы. По завершении регистрации сохранить результат кнопкой «DAT» в файл *GSO-1.dat*.

6.4.2.5. Провести определение положения рефлексов. Для этого открыть полученный файл с помощью функции FileOpen⇒DAT File в окне IMAD. (Рис. 5).

	THE REPORT OF		A LIMAD DAY	europent - 20/*1/2	58 S S S S S	MESSI			
α Oppen Severfile Edit Brant freatminnt → Φατά Πλα ΣΣΣ - En inte	yew ground pearsexch Paramel Bring	frate reason	agola Nourienten Franzaidu	entenet i transfort a	kristi çakravni kalın	c Comment of S			
10-Log Pe	20 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10	5 71°31						Align (Aligned) Align Aligned Align Aligned	
01.de	n an an an Artista (an Artista) An Artista (an Artista) A Anna (an Artista)								이 있는 것 같은 것 요구했던 사람에 생각해
] [] [] Noned Parl Met. Yes	No and I	574) Yipan (1915	(that 42 - 3)	water W		1월 14일 (14일 1991 - 1994 (1494)		
Biol 2 200 38 34 34 2 Currane SC 009 44	A -Janado+1.786873Å - grov 1811,26+: - [C1/	areaste se se util			And The Local And				
244									
329 (mr. 1997)	國防治局的保護者				인데 관련이 관계 19		한 같은 것을 한 음악 이 같은 것을 가지? 		: 20 Minutes
2600									
2000		1 							
3200									
2000									
1400 NA								ane a	
1450	1、10、10家ま現10~5) 林道山が増加る30000000								
1700 a 2 4	神》 推荐 身							명한 것이다. 1993년 - 1993년 - 1993년 1993년 - 1993년 - 1	
	NA ARA								
							法制制法		
200 200		4							
	an a		1998 - Annes Inc. Nels	والار به ما ما در د. م			en finn i mhail tha an		and the second s
200	12 14 118 118 25 22 24 28 25 30	12 54 36 78 47 4	0 44 45 45 56 10	14 54 15 FE 53	34 66 18 10 72	4 18 7× 30 82 A4	26 €8 3€ 32 84	96 78 966 102 904 105 1	195 113 71 2 114 114
				ante : ante : Val					

Рисунок 5 - Открытие файла GSO-1.dat.

После открытия файла выбрать вкладку *fitting* и нажать на кнопку *Peak Search*. Выбранные рефлексы отобразятся маркерами в виде желтых треугольников. Выбрать неотмеченные рефлексы щелчком указателя над их вершинами с одновременным нажатием клавиши A, убрать ошибочно определенные рефлексы щелчком по маркерам с одновременным нажатием клавиши Z (Рис. 6).

172 473	14194	- Pask	fe jijee matte e	rean Erwei Train Erwei Großen er	iner men de men	terkanu	nj	:					, 173 • [173			in T	hide curve bolk lude									運動に
¥ \$72	53				4.241	¥0an İ	 	Zeran .		'YM#1 ²	- C -	"maar	*1.512	· • •	airg S	<u>v</u>										
3 3 3					1911.54+2 5- 5- 5- 5- 5- 5- 5- 5- 5- 5- 5- 5- 5-	- 1967100	S16 12 65	49) 		÷.,						**.										
896 898 890				「「「ない」のである		A the second sec										1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1										
200																	and the second se		and the second second							
400 400 201											v											- State where a second				
008 808 680													4								to require the second					
400 250 6								ی رو او د رو ایند	¥ 	۷				i L Magalar Ar			and a second second	.	X.			Υ.	ء جي	\$ V 15	Т У	

Рисунок 6 - Расстановка маркеров рефлексов.

В открывающемся списке слева от кнопки *Peak Fit* выбрать пункт *Pseudo-voigt Envelope, linear background*. Нажать на кнопку *Peak Fit*.

По завершении анализа на экране отобразятся маркеры положения рефлексов (Рис. 7):

File Open Sa	ve Frie Edit	Print trees	ment View o	onversion Oth	en herus his.	nananan karanan kari dina	and a second s	 (a) a de las consentacións de las políticas de las consentacións de las cons en las consentacións de /li>	A CALIFORNIA A CALIF	andre warne	 A sub-Billion Colling South Products Microsoft and International Colling 	ingenilikei adkat 2004 a.	a anga angang kanalang si an	ser i hitti kalènenekisina
7 E 🚯	* 31	ŧ s	into bac	ingering provide	wen Farann Inn	V ftads degave n.	entral contractions of the	a l'Overs : sanari calera	ient to best Comme				法法法 前鼻	48.3
610164			5 FAD IN	end t		Buck Made Paramit	Time (Lake)	hun (la charriel	- <u>1</u> 2	그 옷 것 물건 문 물		영상 공항	编标的
6901.8e			العدا	1 Fren . 50	r Erimispi winari	د. است. درم هموهه		ha in the second se	1-10 1.4~~0					
. .	1	HAN.		orl C Name	dian dia mandri dia man Net dia mandri	112			a i		이 바람이 가장 가장이 19월 2일 - 가장 가장이			
	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	<u>.</u> (1) -	<u>9-0101</u>			Naur	You. One	a Woling	<u> </u>				***	
1.356.	972	87	-		415116581 FE	SHEETS IS AN AN			ja di			a dagi sa	t pre di	erey Anton
5-55-242 3 5-5-2-1-2-1		Sec.			214.	· · · · ·						1		
		MIN .	認識報告					ter geber¥			그럼 물리가 다.			
2 7 2	° 30		<u>新教</u> 会社	言葉 成日		7								
9 19 8 9 9 19 2 0 2				4 I 18	2.분구네						· 전쟁 - 최근 이 영상 사람· - 영웅 - 영상 영상 ·			
, (7 9		翻教員:	熱潮道(11월 12월					김 사람은	유민				
.24	N		國際議会	양 수 있습	양일 이상에 가지 이상에서 전체	가격 옷을 다								재관광
210 (d. 2 4 211 (d. 22)				S. No.≡ v						12 in	2788년 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 111 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 21 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 211 - 21			
					$\int dz$						- 議議委会会主		고 한 관리	
20	•		병상관 명					n da ĝi		· •				. 1. 5
11					\mathcal{A}			÷.		-				
216	NO				$\mathbb{E}[X_{1}]$						이 같은 것이 같이 있는 것이 같이 많이 많이 했다.			
54	•				11 SA - 1		17	_ D			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			- i.
6 C) (2	* R.				$\sum_{i=1}^{n}$				1 · · · · ·	i i i				
₩	× 311	MA -			2日本			1003			김홍 화가 있는 것	- <u>8</u>		
				Sala 4	1999 P	an de la composition					- 11월 11일 11일 - 11일			
1 A A				월 1841 같은 1841					'아이지 같은 것		고 꽃 많은 말 말 말 .			t Self Galig
										30	÷.		3	
	×	Ri za	nin anadrian	te utiliza no	and the second		5 8			4 2	\$ 1 ×			
	이 소송			新教社		984 ST T T		and the second s	entro gan comence e de	1	- 	6 <u>5 - 8</u>		
	میں مر ان وہ ای	Stade 1 a	10 12 14 11	6 18 20 22	24 26 28 30	23.5.364.4	· ++ +: 50 52 54	94 52 80 62 54 PT F3	75 72 74 76- 18	10 & 14 D	58 80 92 94 96 18 11	6 102 164 50X 1	03 115 112 114	,, ,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,
			8			A La La Contra de		27-04		2	그렇게 승규가 있는 것	4		
한 철왕으로 아	10.89		Real Park		· · · ·						17 - 2 - 4 - 1			

Рисунок 7 - Маркеры положения рефлексов

Для сохранения результатов выбрать пункт меню Print⇒Fit data, в открывшемся окне (Рис. 8) нажать кнопку *Save* и сохранить файл под названием *GSO-1-Fit.txt*

ilename :	H:\Inel\GS0	-1.dat					^	ふうゆ		
alibration : ate : avelength : pltage : prments	cal 05/10/2016 1.789870 30.000 kV	10:55:49 resolut Current	210n - 4: : 35 1	96 00 mA				3	TChart	- - - -
unber of peak m 2Thets 1 29.635 2 40.831	s: 22 d 3.4994 2.5656	Profii Int 143.25 480.56	: Pseudor: Int* 20.39 63.41	0190 Fwhml 0.129 0.136	Ewhm2 0.000 0.000	+0+1 0-322 0.140	o. o			
Quit Print Save	- Flot	 Intensity Position Width Eta 	absciss C Channel C 2theta C tan theta	F≇ ← Sq ← +/ ← +/ ← no	uare root ∙5% •10% De	egree 1 호	3 fesuit		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	min 0 max 1

Рисунок 8 - Окно результатов

6.4.2.6. Абсолютная погрешность дифрактомера при измерении угловых положений дифракционных максимумов определяется как абсолютное отличие между экспериментальными значениями 2θ (приведенными в колонке 2Theta файла *GSO-1-Fit.txt*) и значениями 2θ для ГСО, приведенными в таблице 4.

Таблица 4 - Углы 20 стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решетки оксида алюминия (Al₂O₃) для различных материалов анода рентгеновской трубки

Индекс отражающих	Уг. (линия К	лы 20 стандар Сат для различ	отного образца аных материал	оксида алюминия оксида алюминия оксида алюминия оксидатовано оксидатовано оксидатовано оксидатовано оксидатован	я (Al ₂ O ₃) овской трубки)
атомных плоскостей (индексы Миллера) <i>hkl</i>	Мо	Cu	Со	Fe	Cr
104	15,981	35,147	41,049	44.596	53,326
116	25,586	57,495	67,904	74,370	91,255
300	29,920	68,207	81,248	89,593	112,882

Дифрактометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.2, если абсолютная погрешность не превосходит ± 0,15° ни для одного из указанных рефлексов.

6.4.3. Определение СКО выходного сигнала.

6.4.3.1. В окне Acquisition нажать кнопку *Clear* и повторить действия, обозначенные в пп.6.4.2.3-6.4.2.5 с присвоением файлам имен *GSO-2.dat* и *GSO-2-Fit.dat*, соответственно.

6.4.3.2. Повторить действия п.6.4.3.1 еще 8 раз (вплоть до файлов GSO-10.dat и GSO-10-Fit.dat).

6.4.3.3. На основании полученных данных о 10 последовательных измерениях интегральной интенсивности рефлекса (104) (значение в колонке *Int* файлов *GSO-1-Fit.dat* – *GSO-10-Fit.dat*) вычислить среднее арифметическое значение и относительное СКО выходного сигнала по формуле:

$$S = \frac{100}{I_{cpeoln}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (I_i - I_{cpeoln})^2}{n-1}},\%$$
 (1)

Где: *І_{среди}* - среднее значение интегральной интенсивности рефлекса (104); *I_i* – интегральная интенсивность при при i^{-ом} измерении;

n = 10 (число измерений).

6.4.3.4. Дифрактометр считается выдержавшим поверку по п.6.4.3, если относительное СКО выходного сигнала не превышает 5,0 %.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

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

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

-результаты опробования и внешнего осмотра;

٩.

-результат проверки соответствия ПО;

- результаты определения метрологических характеристик.

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

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель дифрактометра и (или) на свидетельство о поверке.