

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

УТВЕРЖДАЮ
И.о.директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н.Тронин
М.п. 25 октября 2017 г.



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

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			периодическая поверка	первичная 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

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	Номер ГСО, ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические 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 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С.
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) °С; |
| диапазон атмосферного давления | от 84 до 106,7 кПа; |
| диапазон относительной влажности воздуха | не более 80 %; |
| напряжение питания | (220 ⁺²² -33) В; |
| 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 **Acquisition**. 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 сменяется 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: **IMAD**.

6.3. Проверка соответствия программного обеспечения

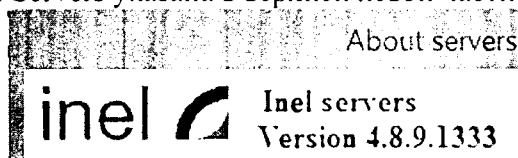
6.3.1. При проверке соответствия программного обеспечения проводится проверка номера версии:

- 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 системном трее **Windows** и выбрать пункт

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



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

- модуль **IMAD** не ниже 4.B.
- 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.

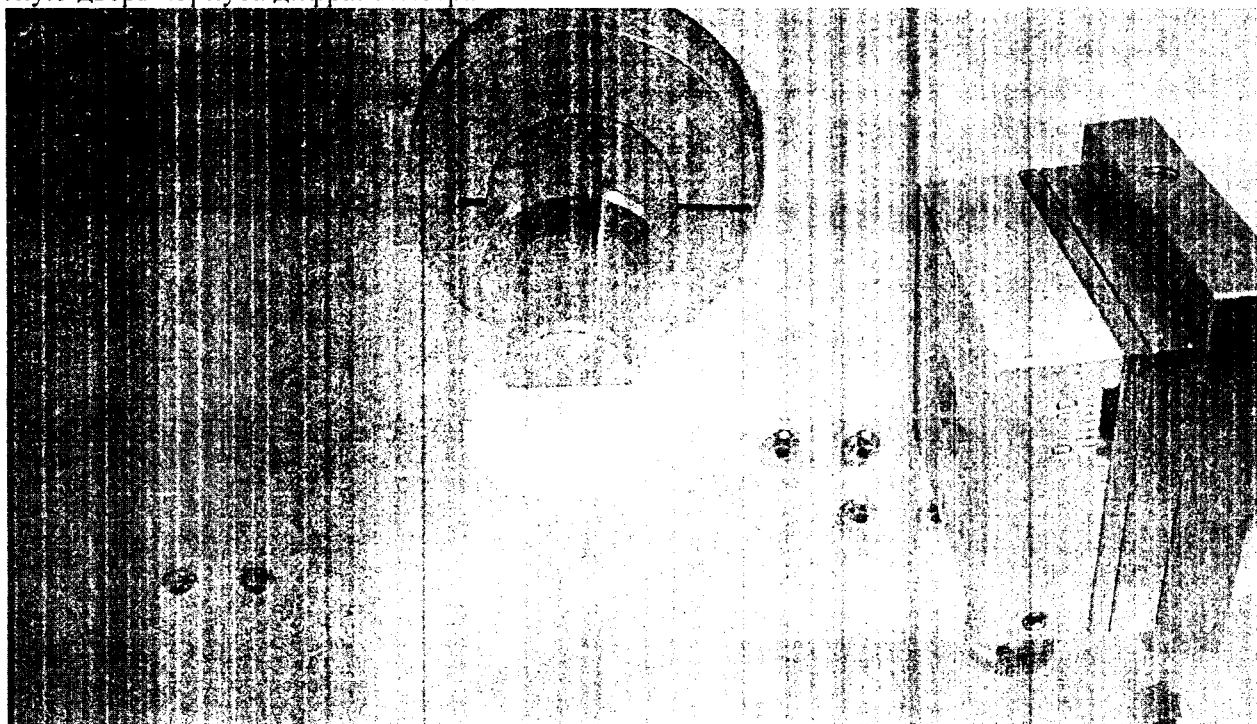


Рисунок 1 - Установка образца для измерений

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

Параметр	Equinox 100	Equinox 1000	Equinox 3000
U, кВ		30	
I, мА	1,66	30	30

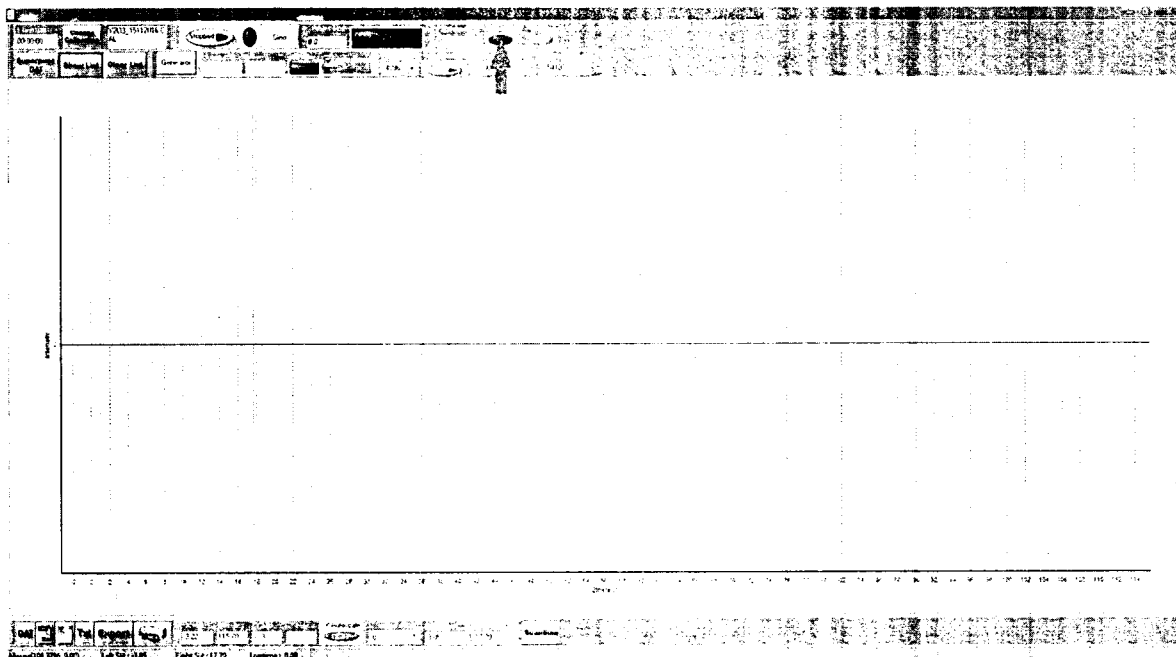


Рисунок 2 - Включение высокого напряжения детектора (отмечено стрелкой)

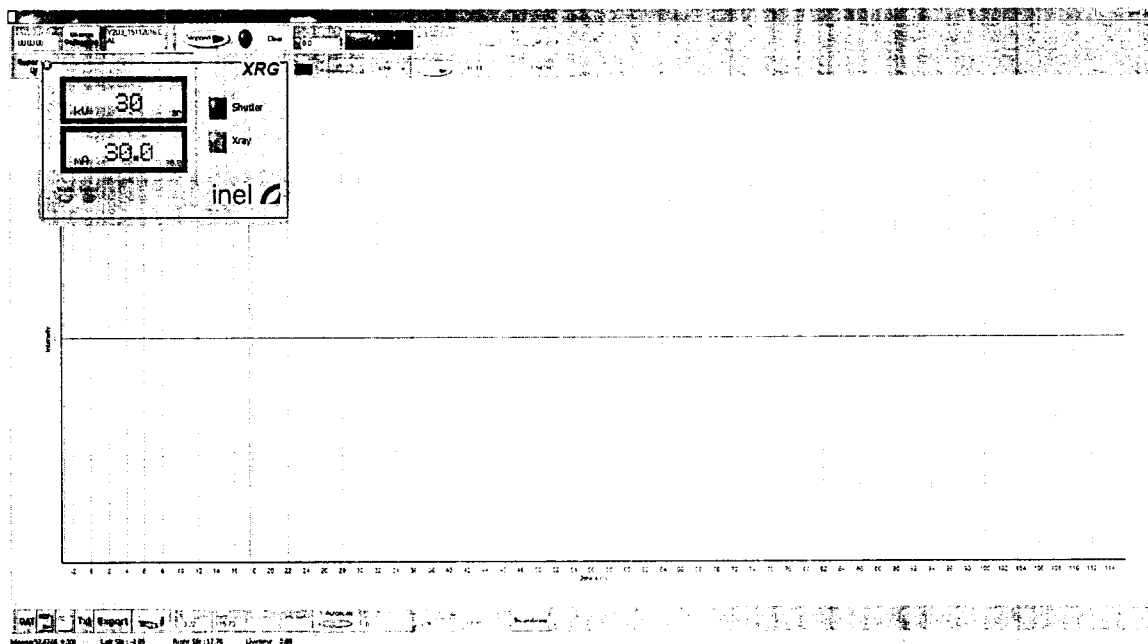


Рисунок 3 - Включение рентгеновского генератора и установка режима работы источника.

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

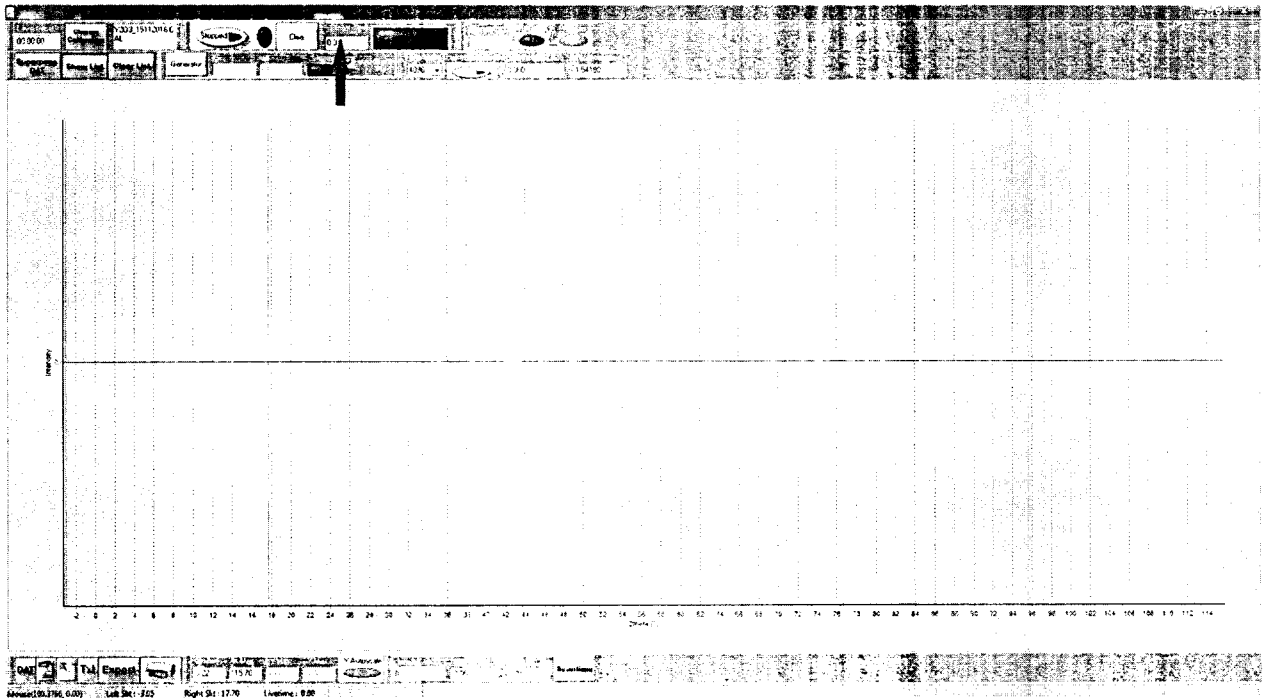


Рисунок 4 - Установка времени регистрации дифрактограммы (отмечено стрелкой).

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).

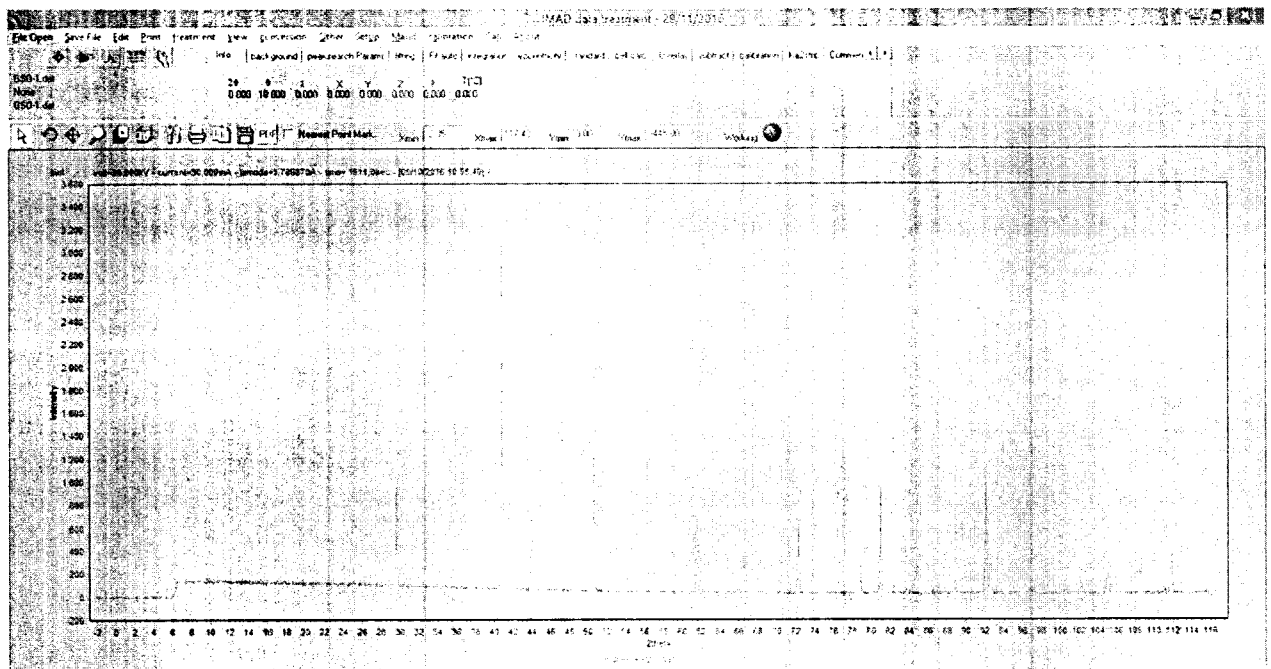


Рисунок 5 - Открытие файла *GSO-1.dat*.

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).

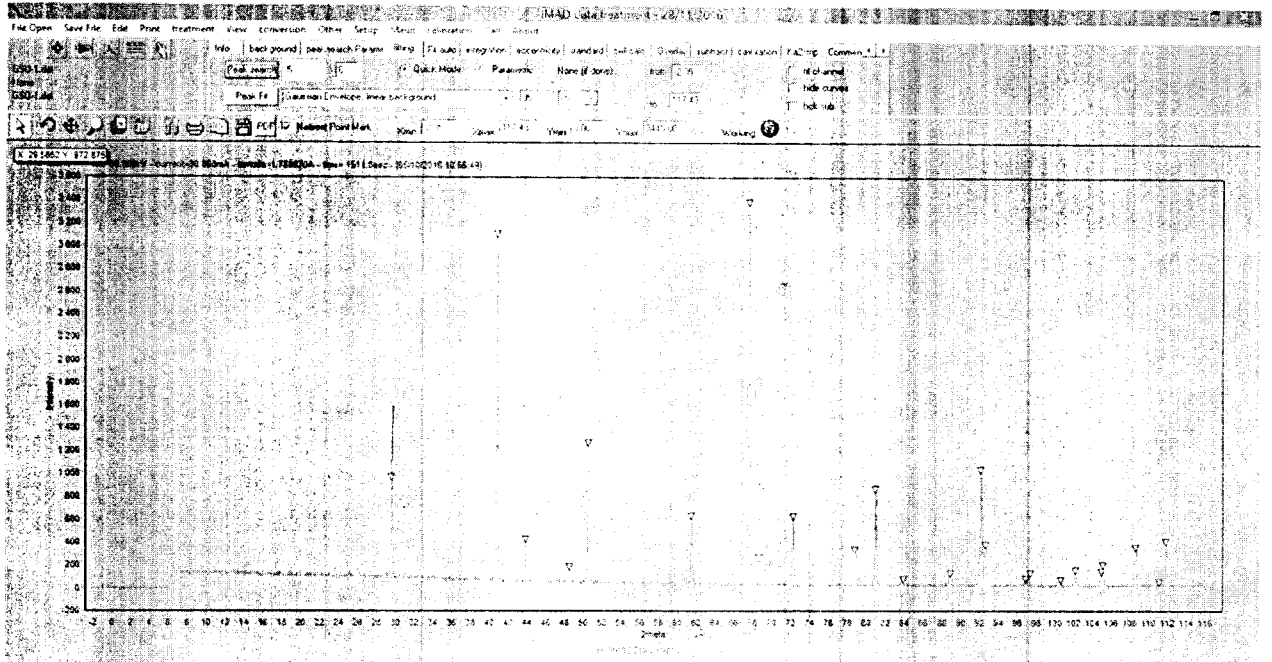


Рисунок 6 - Расстановка маркеров рефлексов.

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):

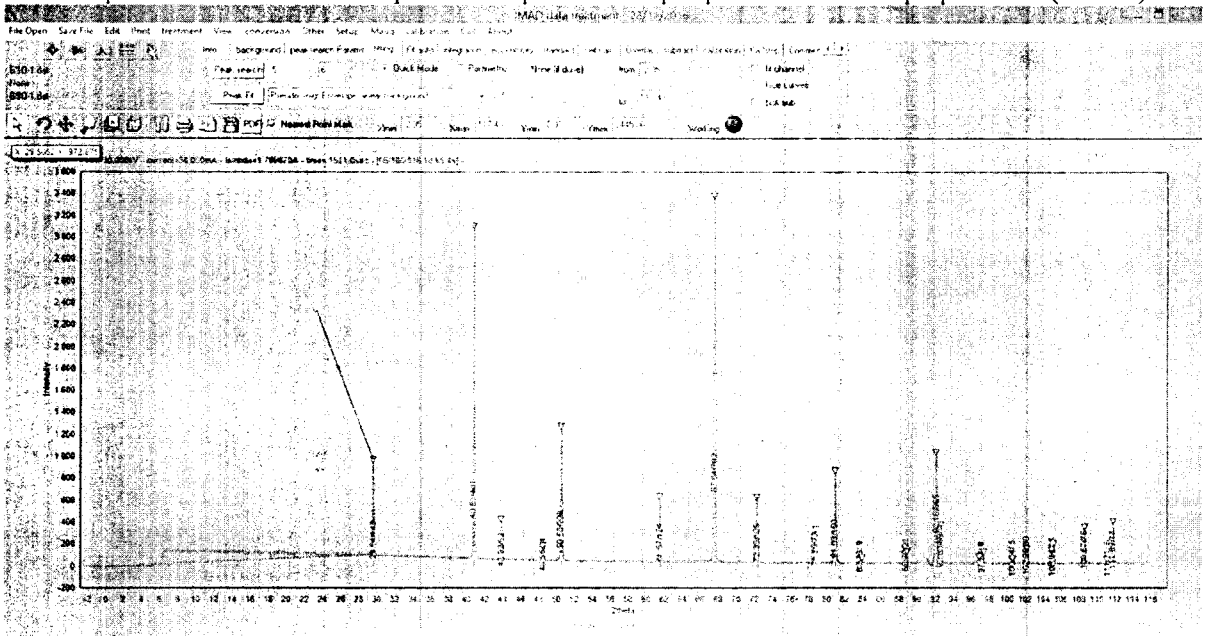


Рисунок 7 - Маркеры положения рефлексов

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*

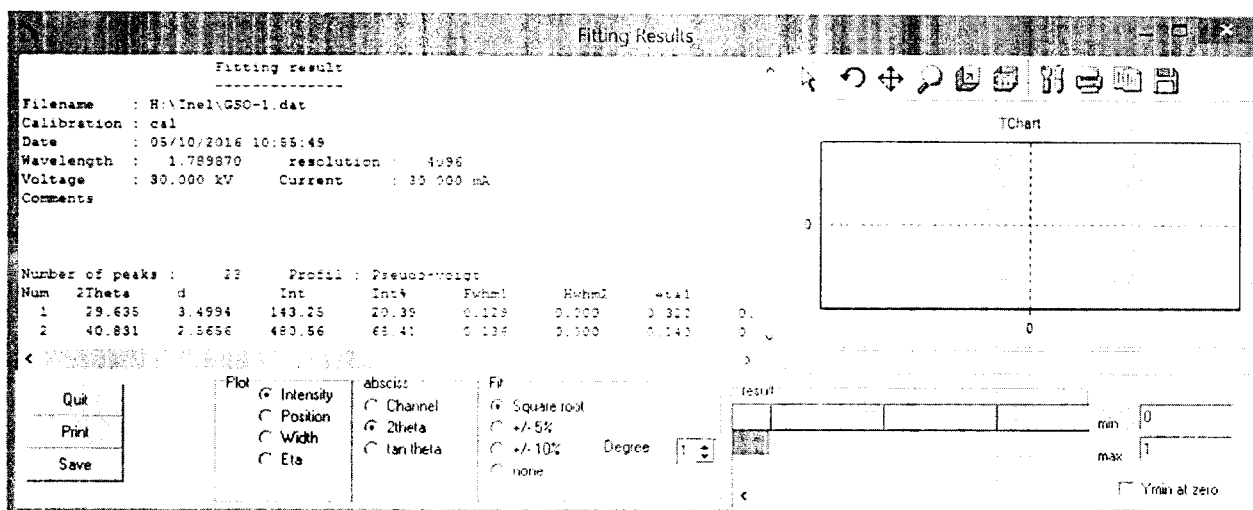


Рисунок 8 - Окно результатов

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 2θ стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решетки оксида алюминия (Al_2O_3) для различных материалов анода рентгеновской трубки

Индекс отражающих атомных плоскостей (индексы Миллера) hkl	Углы 2θ стандартного образца оксида алюминия (Al_2O_3) (линия $K\alpha_1$ для различных материалов анода рентгеновской трубки)				
	Mo	Cu	Co	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 $\pm 0,15^\circ$ 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:

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

Где: $I_{\text{средн}}$ - среднее значение интегральной интенсивности рефлекса (104);
 I_i - интегральная интенсивность 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;
- 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.