

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

Назначение средства измерений

Дифрактометры рентгеновские ARL Equinox (модели 100, 1000, 3000) предназначены для измерений интенсивности и углов дифракции рентгеновского излучения, рассеянного на кристаллическом объекте при решении задач рентгенодифракционного и рентгеноструктурного анализа материалов в соответствии со стандартизованными и аттестованными методами (методиками) измерений.

Описание средства измерений

Принцип действия дифрактометров основан на регистрации дифрагированных рентгеновских лучей от атомных плоскостей кристаллической решетки исследуемого вещества. В дифрактометре используется асимметричная геометрия с фиксированным углом ω , причем разрешение по углу 2θ обеспечивается за счет использования изогнутого газонаполненного позиционно-чувствительного детектора.

Рентгеновское излучение от рентгеновской трубки попадает на плоский монохроматор (или параболическое зеркало). На выходе формируется пучок с малой угловой расходимостью (от $0,07$ до $0,30^\circ$ в зависимости от типа используемого рентгенооптического элемента), ширина которого регулируется щелью. Пучок, попадая на поликристаллический образец под фиксированным углом ω дифрагирует на беспорядочно расположенных кристаллитах, и рассеянное излучение попадает в позиционно-чувствительный детектор.

Квант рентгеновского излучения при попадании внутрь камеры детектора обеспечивает возникновения разряда в инертном газе (Ar) под высоким давлением (от $0,587$ до $0,608$ МПа (от $5,8$ до $6,0$ атм)). Разряд происходит между изогнутым катодом, находящимся под напряжением $9,7$ кВ и анодом, представляющим из себя линию задержки (систему с высокой индуктивностью). Разряд гаснет в течение некоторого времени (для его уменьшения, а также для оптимизации геометрических характеристик плазменного канала используют не чистый аргон, а его смесь с 15% этана), при этом в цепи анода регистрируют импульсы тока, время прихода которых на левую и правую стороны линии задержки различно. Цифровой сигнальный процессор определяет разность во времени и приписывают импульс к одному из 4096 каналов (диапазонов времени задержки). Таким образом регистрируется зависимость $I/(N_{\text{канала}})$ в режиме реального времени. Управляющий компьютер дифрактометра осуществляет пересчет номера канала в угол 2θ , обеспечивая вывод дифрактограммы.

Дифрактометры представляют собой стационарные лабораторные приборы; модели Equinox 100 и Equinox 1000 – настольные, модель Equinox 3000 – напольная.

Конструктивно дифрактометры Equinox 100 и Equinox 1000 выполнены в виде приборного каркаса, в задней верхней части которых располагаются высоковольтный источник питания рентгеновской трубки, блок контроля систем безопасности и блок управления и сбора данных. В передней части каркаса в специальной защите от прямого и отраженного рентгеновского излучения трубки располагается измерительный блок, вертикально расположенный позиционно-чувствительный детектор, рентгеновскую трубку, монохроматор (или зеркало) с системой регулировки, щели и держатель образца с регулируемым углом ω .

Дифрактометр Equinox 3000 устроен сходным образом, но источник высокого напряжения и системы контроля безопасности/сбора данных располагаются под защитным шкафом измерительного блока.

Все модели дифрактометров эквивалентны друг другу с точки зрения конструкции измерительного блока, отличия заключаются только в используемом источнике рентгеновского излучения (у Equinox 100 вместо трубки с нормальным фокусом используется микрофокусный источник) и/или увеличенном радиусе системы регистрации (Equinox 3000), обеспечивающим возможность установки объемных дополнительных устройств (высоко- и низкотемпературные камеры и т.п.).

Управление дифрактометрами, сбор данных и их обработка осуществляются с помощью внешнего персонального компьютера. Изготовитель не осуществляет пломбирование дифрактометров.

Общий вид и дифрактометров место нанесения знака поверки представлены на рисунках 1, 2 и 3.



Место нанесения знака поверки

Рисунок 1 – Общий вид дифрактометра Equinox 100



Место нанесения знака поверки

Рисунок 2 – Общий вид дифрактометра Equinox 1000



Место нанесения знака поверки

Рисунок 3 – Общий вид дифрактометра Equinox 3000

Программное обеспечение

Дифрактометры оснащены автономным модульным программным обеспечением «Symphonix», которое управляет их работой, отображает результаты измерений, обрабатывает, передает и хранит полученные данные.

К метрологически значимой части ПО относятся модули Acquisition (Inel servers) и IMAD.

Модуль Acquisition (Inel servers) выполняет следующие функции:

- тестирование всех систем дифрактометра;
- управление дифрактометром;
- настройка режимов работы узлов дифрактометра.
- проведение диагностических проверок дифрактометра и его отдельных блоков.

Модуль IMAD выполняет следующие функции:

- получение дифракционных спектров исследуемых веществ/материалов;
- обработка и хранение результатов измерений;
- сглаживание, вычитание фона и сопоставление пиков;
- построение графиков кривых дифракции;
- создание калибровочных кривых;
- конвертация данных в другие форматы;
- маркировка и сопоставление пиков;
- получение 3D- графиков;
- импорт/экспорт данных;

Уровень защиты ПО от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» по Р 50.2.077-2014. Влияние ПО на метрологические характеристики учтено при их нормировании.

Таблица 1 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	Acquisition (Inel servers)	IMAD
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 1.8	Не ниже 4.В
Цифровой идентификатор ПО (алгоритм MD5)	e0e926e224cc4590601c8c71a7f9e115 (файл InelServers.exe для версии 4.8)	3de2e523175cba029d2a08f9dc7a3d4e (файл I_Mad.exe, для версии 4.В)

Метрологические и технические характеристики

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение		
	ARL Equinox 100	ARL Equinox 1000	ARL Equinox 3000
Диапазон измерений углов дифракции 2α , градус	от 0 до 110	от 0 до 110	от 0 до 110
Пределы допускаемой абсолютной погрешности дифрактометра при измерении угловых положений дифракционных максимумов, градус	$\pm 0,15$	$\pm 0,15$	$\pm 0,15$
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала*, %, не более	5,0	5,0	5,0
Примечание: * Выходной сигнал: суммарная интенсивность в максимуме отражения (104) для ГСО 10440-2014; число измерений=10. Время накопления 600 с			

Таблица 3 – Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение		
	ARL Equinox 100	ARL Equinox 1000	ARL Equinox 3000
Радиус кривизны гониометра, мм	180	180	250
Число каналов разности времени - нормальное - максимальное	4096 8192	4096 8192	4096 8192
Напряжение питания от сети переменного тока частотой (50 \pm 1) Гц, В	220 ⁺²² ₋₃₃	220 ⁺²² ₋₃₃	220 ⁺²² ₋₃₃
Потребляемая мощность (без охладителя), кВт·А, не более	3,5	7,0	7,0
Габаритные размеры** (Д \times Ш \times В), мм, не более	520' 750' 530	715' 750' 996	750' 1040' 1565
Масса*, кг, не более	65	90	120
Средний срок службы, лет	10	10	10
Наработка на отказ, ч, не менее	8000	8000	8000
Условия эксплуатации: -диапазон температуры окружающего воздуха, °С -диапазон атмосферного давления, кПа -относительная влажность при +25 °С, %, не более	от +18 до +30 от 84 до 107 80		
Примечание: ** без компьютера и внешнего охладителя и без приставок			

Знак утверждения типа

наносится на титульный лист руководства по эксплуатации методом компьютерной графики и на правый верхний угол лицевой панели прибора в виде наклейки или отпечатком от резинового клише.

Комплектность средства измерений

Таблица 4 – Комплектность средства измерений

Наименование	Обозначение	Количество
Дифрактометр	-	1 шт.
Компьютер	-	1 шт.
Руководство по эксплуатации	-	1 экз.
Методика поверки	МП 242-2146-2017	1 экз.

Поверка

осуществляется по документу МП-242-2146-2017 «Дифрактометры рентгеновские ARL Equinox (модели 100, 1000, 3000). Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 25 октября 2017 г.

Основные средства поверки:

стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки ГСО 10440-2014 (SRM 1976b).

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

Знак поверки наносится на лицевую панель дифрактометра, как показано на рисунках 1, 2 и 3 и (или) на свидетельство о поверке.

Сведения о методиках (методах) измерений

приведены в эксплуатационном документе

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к дифрактометрам рентгеновским ARL Equinox (модели 100, 1000, 3000)

Техническая документация фирмы-изготовителя

Изготовитель

Фирма «Thermo Fisher Scientific INEL SAS», Франция

Адрес: 45410 Artenay, France

Тел./факс: +33 (0)2 3880 4545

E-mail: info@inel.fr

Web-сайт: www.inel.fr

Заявитель

Общество с ограниченной ответственностью «ТТ Аналитика» (ООО «ТТ Аналитика») ИНН 7709858627

Адрес юридический: 129515, г. Москва, ул. Кондратьюка, дом 4, помещение П

Адрес места нахождения: Россия, 119017, г. Москва, Кадашёвская наб., д.6/1/2, стр. 1

Тел.: +7 (495) 565-35-72

Факс: +7 (495) 621-59-02

E-mail: info@thermotehno.ru

Испытательный центр

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

Адрес: 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19

Тел.: +7 (812) 251-76-01, факс: +7 (812) 713-01-14

Web-сайт: www.vniim.ru

E-mail: info@vniim.ru

Аттестат аккредитации ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № RA.RU.311541 от 23.03.2016 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

С.С. Голубев

М.п.

« ____ » _____ 2018 г.