


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

УТВЕРЖДАЮ

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

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ДИРЕКТОРА
М. В. ОКРЕПЬЛОВ
Доверенность № 20
от 03 октября 2019 г.

М.П.


А.Н. Пронин

" 26 " 08 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Дифрактометры рентгеновские
ДРОН-7М

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-0313-2019

Заместитель 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
2019 г.

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские ДРОН-7М (далее – дифрактометры), изготавливаемые АО «ИЦ «Буревестник», Россия. Дифрактометры подлежат первичной поверке до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверке в процессе эксплуатации. Интервал между поверками – 2 года.

2. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1- Операции поверки

Наименование операций	Номер пункта настоящей методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	да	да
Опробование	7.2	да	да
Подтверждение соответствия ПО	7.3	да	да
Определение метрологических характеристик	7.4	да	да
Проверка диапазона измерений углов дифракции 2θ	7.4.1	да	да
Определение абсолютной погрешности измерения угловых положений дифракционных максимумов	7.4.2	да	да
Определение основной относительной погрешности скорости счета импульсов рентгеновского излучения	7.4.3	да	да

2.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 – Средства поверки

№ п/п	Наименование и тип средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики или номер
1	ГСО 10475-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b)	<p>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.</p> <p>Относительная интенсивность дифракционных максимумов от 8,17 до 87,79 %; расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) от 0,07 до 0,63 %</p>
	ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b)	<p>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.</p> <p>Относительная интенсивность дифракционных максимумов от 8,17 до 87,79 %; расширенная неопределенность при $P=0,95$ ($k=2$) от 0,07 до 0,63 %</p>

2	Термогигрометр электронный СЕН-ТЕР, № в Федеральном информационном фонде 22129-09	Диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности ± 3 %. Диапазон измерений температуры от -20 до $+60$ °С; пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,8$ °С.
---	---	---

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

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

4. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации дифрактометров рентгеновских ДРОН-7М.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации дифрактометров рентгеновских ДРОН-7М, методику поверки МП-242-0313-2019, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

4.3. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего дифрактометр, или сервис-инженера (под контролем поверителя).

5. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от $+15$ до $+25$;
(при допускаемом колебании температуры за время поверки не более, чем на ± 2 °С)
- относительная влажность при температуре $+25$ °С, % не более 80

6. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1. Подготовку дифрактометра рентгеновского ДРОН-7М к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации и Руководстве оператора программного комплекса Data Collection дифрактометров рентгеновских ДРОН-7М.

6.2. Если дифрактометр и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в п. 5, то их следует выдержать при этих условиях не менее часа или времени, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый дифрактометр и средства поверки.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

7.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- 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.

7.1.2. Дифрактометр рентгеновский ДРОН-7М считается прошедшим поверку по п. 7.1, если корпус, внешние элементы, органы управления не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

7.2 Опробование

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 появляется сообщений об ошибках и выполнение процедуры «Инициализация» прошло с положительным результатом.

7.3 Подтверждение соответствия ПО

7.3.1. Определение идентификационных данных ПО Diffract.

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.

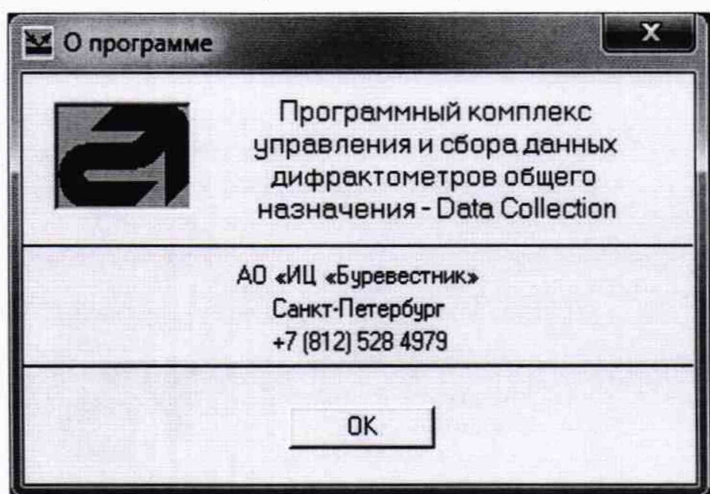


Рисунок 1. Окно с идентификационным наименованием ПО Data Collection

В главном меню окна ПО Data Collection открыть меню «Справка», в раскрывающемся списке выбрать подменю «Идентификационные данные». В открывшемся окне приведены номера версий ПО Data Collection и цифровые идентификаторы исполняемого файла DataCol.exe. Пример окна идентификации номеров версий и цифровых идентификаторов программы верхнего уровня Сбор данных – DataCol и программы нижнего уровня ДРОН-7М ПО Data Collection приведен на рисунке 2.

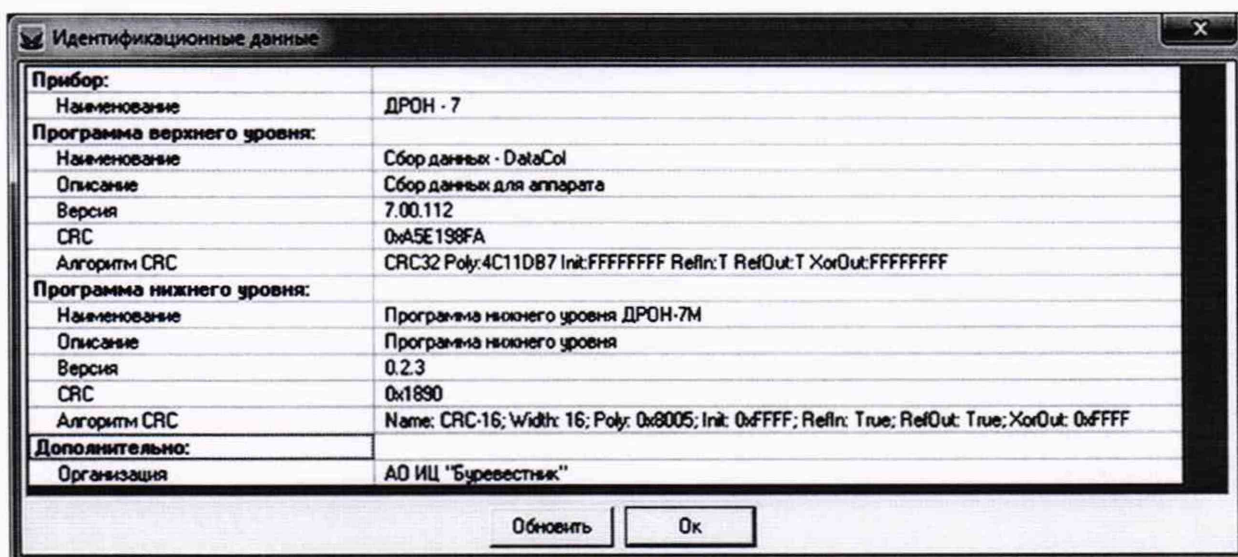


Рисунок 2. Окно с номерами версий и с цифровыми идентификаторами ПО Data Collection.

7.3.2. Дифрактометр рентгеновский ДРОН-7М считается выдержавшим поверку по п. 7.3, если версия программы верхнего уровня Сбор данных – DataCol ПО Data Collection не ниже 7.00.00, версия программы нижнего уровня ДРОН-7М ПО Data Collection не ниже 0.2.3, а полные версии и цифровые идентификаторы ПО Data Collection совпадают с указанными в паспорте на поверяемый прибор.

7.4. Определение метрологических характеристик

7.4.1. Проверка диапазона измерений углов дифракции 2θ

7.4.1.1. Для проведения измерений по пункту 7.4.1 применяют ГСО 10475-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b), либо ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

7.4.1.2. Установить в прибор образец дифракционных свойств кристаллической решетки, указанный в п. 7.4.1.1. Проверку проводить в соответствии с таблицей 3 настоящей МП для кронштейна блока детектирования (угол 2θ) - в автоматическом режиме прохождением угловых диапазонов. Измерения выполняются в соответствии с пунктом руководства по эксплуатации дифрактометров рентгеновских ДРОН-7М «Проверка диапазона поворота кронштейна блока детектирования» и руководством оператора «Программный комплекс управления и сбора данных дифрактометров общего назначения - Data Collection».

Таблица 3 – Диапазон измерения углов дифракции 2θ

Диапазон измерения углов дифракции 2θ, градусы		
Начальный угол 2θ _н	Конечный угол 2θ _к	Шаг сканирования Δ(2θ)
минус 100	0,00	20,00
0,00	100,00	10,00
100,00	150,00	5,00
150,00	164,00	1,00
164,00	164,96	0,02
164,96	165,00	0,001

7.4.1.3. Дифрактометр рентгеновский ДРОН-7М считается выдержавшим поверку по п. 7.4.1, если диапазон измерений углов дифракции 2θ соответствует интервалу от -100° до $+165^\circ$.

7.4.2. Определение абсолютной погрешности измерения угловых положений дифракционных максимумов

7.4.2.1. Для проведения измерений по пункту 7.4.2 применяют ГСО 10475-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b), либо ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

7.4.2.2. Измерения по п. 4.2 проводят путем измерения в соответствии с руководством по эксплуатации дифрактометров рентгеновских ДРОН-7М и руководством оператора «Программный комплекс управления и сбора данных дифрактометров общего назначения - Data Collection» углов дифракционных максимумов дифракционных линий 104, 116, 1.0.10+119, 2.1.10 и 146 при следующих условиях:

-рентгеновская трубка	БСВ с медным анодом;
- ток анода рентгеновской трубки, мА	40;
- напряжение анода рентгеновской трубки, кВ	30;
- размеры щелей на первичном пучке:	
вертикальная щель, мм	2,0;
горизонтальная щель, мм	8,0;
вертикальная щель, мм	3,0;
- размеры щелей на дифрагированном пучке:	
вертикальная (антирассеивающая) щель, мм	3,0;
вертикальная щель, мм	0,1 (номер 2);
горизонтальная щель (регулируемая), мм	12,0;
- щели Соллера на первичном и дифрагированном пучке	
расходимостью, градус	1,5;
- интервалы сканирования по углам 2θ , градус:	
дифракционная линия 104	34,9- 35,5;
дифракционная линия 116	57,2 - 58,0;
дифракционные линии (1.0.10+119)	76,5 – 77,7
дифракционная линия 2.1.10	100,7- 101,7;
дифракционная линия 146	135,5- 137,3;
- шаг сканирования, градус:	
дифракционные линии 104, 116 и (1.0.10+119)	0,01;
дифракционные линии 2.1.10 и 146	0,02;
- экспозиция в точке, с:	
дифракционные линии 104, 116 и (1.0.10+119)	5;
дифракционные линии 2.1.10 и 146	10;
- селективно-поглощающий фильтр (β -фильтр)	Ni;
- число сканов	1;
- вращение образца	обязательно

Абсолютная погрешность измерения углов дифракционных максимумов определяется как разность между значениями $2\theta_{K\alpha 1}$ зарегистрированных рефлексов и соответствующими значениями для применяемого СО $2\theta_{K\alpha 1}^{ГСО}$, приведенными в таблице 4. Угловые положения максимумов определяются в их верхней трети по средней линии между правым и левым «крылом».

Таблица 4

№ п/п	Отражающая атомная плоскость (индекс Миллера, hkl)	Угловые положения максимумов $2\theta_{k\alpha 1}^{ГСО}$, градусы
1	104	35,15
2	116	57,50
3	1.0.10	76,87
4	119	77,23
5	2.1.10	101,06
6	146	136,09

7.4.2.3. Дифрактометр считается выдержавшим поверку по п. 7.4.2, если измеренные значения $2\theta_{k\alpha 1}$ отличаются от значений дифракционных максимумов, приведенных в таблице 4, не более чем на $\pm 0,02^\circ$.

7.4.3. Определение основной относительной погрешности скорости счета импульсов рентгеновского излучения

7.4.3.1. Для проведения измерений по пункту 7.4.3 применяют ГСО 10475-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b), либо ГСО 10440-2014, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) (SRM 1976b).

7.4.3.2. Измерения выполнять в соответствии с руководством по эксплуатации дифрактометров рентгеновских ДРОН-7М (пункт «Определение основной аппаратурной погрешности») и руководством оператора «Программный комплекс управления и сбора данных дифрактометров общего назначения - Data Collection» измерением счета импульсов рентгеновского излучения в максимуме отражения от отражающей атомной плоскости с индексом Миллера 104 стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) либо аналогичной для применяемого средства измерений.

7.4.3.3. Начинать измерения следует после прогрева дифрактометра в течение не менее 1 часа. Экспозиция 100 с. Провести три серии по 11 измерений. Длительность каждой серии составляет не менее 1 ч.

Измерения проводят, используя опцию «Относительная погрешность» в программе Data Collection. В процессе измерения образец не должен вращаться. Расчет результатов проводится программой автоматически.

7.4.3.4. Для каждой серии измерений рассчитывают стандартное отклонение S^2 по формуле:

$$S_k^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (N_{ik} - \bar{N}_k)^2 \quad (1)$$

где N_{ik} - набор импульсов i -го измерения в k -ой серии;

k - номер серии (1,2 или 3);

n - число измерений в серии ($n=11$);

\bar{N}_k - среднее арифметическое значение набора импульсов в серии.

Измеренный массив данных проверяют на однородность. Отношение модуля разности максимального и минимального значений N_k в пределах каждой серии к среднему значению N по всем трем сериям измерений, взятое в процентах, т.е.

$$\frac{\bar{N}_k^{max} - \bar{N}_k^{min}}{\bar{N}} * 100 \% \quad (2)$$

должно быть не более 0,5 %. В противном случае, после выяснения и устранения причин неоднородности массива, измерения повторить.

Основная относительная погрешность для трех серий измерений определяется по формуле:

$$A_0 = \frac{\sqrt{S^2 - \bar{N}}}{\bar{N}} * 100 \% \quad (3)$$

где $\bar{N} = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^3 \bar{N}_k$ и $S^2 = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^3 S_k^2$.

В случае если подкоренное выражение меньше нуля, значение A_0 приравнивается нулю, что соответствует нормативу.

По окончании трех серий измерений на экран монитора компьютера выводится результат.

7.4.3.3. Дифрактометр считают выдержавшим поверку по п. 7.4.3, если полученное значение основной относительной погрешности скорости счета импульсов рентгеновского излучения A_0 не превышает 0,20 % при неоднородности массива данных не более 0,5 %.

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ.

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

8.2. Дифрактометр рентгеновский ДРОН-7М, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными, и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

8.3. Дифрактометр и рентгеновский ДРОН-7М, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

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