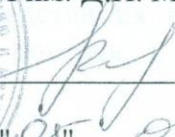




УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"


Н.И.Ханов

"05" 03 2009 г

Дифрактометры рентгеновские ARL X'TRA

фирмы "Thermo Fisher Scientific (Ecublens) SARL", Швейцария.

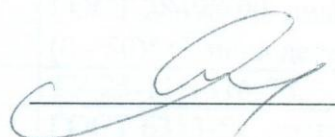
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-0812-2009

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"


Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"


М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2009

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские ARL X'TRA фирмы "Thermo Fisher Scientific (Ecublens) SARL", Швейцария, (как вновь, так и ранее введенные в эксплуатацию) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза в РФ и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в процессе эксплуатации	после ремонта
1.	Внешний осмотр. Проверка комплектности	6.1	Да	Да
2.	Подготовка к поверке	6.2	Да	Да
3.	Опробование	6.3	Да	Да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.4	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомога- тельного средства поверки.	ГОСТ, ТУ, номер ГСО или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.4	Государственный стандартный образец дифракционных свойств кристалличе- ской решетки ПРИ-7а (оксид алюми- ния)	ГСО 8631-2004
2.	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.
3.	4.1	Барометр-анероид М-98	ТУ 25-11-1316-76.
4.	4.1	Психрометр аспирационный МБ-4М	ГОСТ 6353-52, диапазон измерения относительной влажности (10 - 100) %

Все средства измерений, используемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартный образец – паспорт с указанием срока годности.

Допускается применение других средств поверки (в том числе аналогичных ГСО), допущенных к применению в РФ в установленном порядке, с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и КВАЛИФИКАЦИЯ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

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

3.2. Требования к квалификации поверителей:

К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с рентгеновскими дифрактометрами;
- изучившие методику поверки конкретного типа прибора.

В процессе съема данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, поверяющих прибор.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--------------------------------------|-----------------------------------|
| - температура окружающей среды, °C | 18...32 |
| - атмосферное давление, кПа | 84 до 107 |
| - относительная влажность воздуха, % | 20...80 |
| - питание от сети переменного тока | |
| - напряжением, В | 220 ⁺²² ₋₃₃ |
| - частотой, Гц | 49...51 |

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Установка и подготовка дифрактометра к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

5.2. Перед проведением поверки дифрактометр следует прогреть в течение не менее одного часа.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности прибора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов.

6.2. Включение

- включить питание прибора;
- включить высокое напряжение;
- осуществить прогрев прибора (не менее 1 часа).

6.3. Опробование

Опробование (самотестирование прибора) производится автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на экране появляется

стартовое окно программы управления прибором. В противном случае на экране появляется сообщение об ошибке.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. 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 (012), (030) и (0312)+(0214) ГСО при следующих параметрах измерения:

- | | |
|--|------------------|
| - рентгеновская трубка | с медным анодом; |
| - ток анода рентгеновской трубки, мА | 45; |
| - напряжение анода рентгеновской трубки, кВ | 40; |
| - размеры щелей на первичном пучке: | |
| первичная щель, мм | 2,0; |
| вторичная щель, мм | 4,0; |
| - размеры щелей на дифрагированном пучке: | |
| первичная щель, мм | 0,5; |
| приемная щель детектора, мм | 0,2; |
| - щели Соллера на первичном и дифрагированном пучке | |
| расходимость, радианы | 0,04; |
| - интервалы сканирования по углам 2 θ , градус: | |
| дифракционная линия (012) | 24,5- 26,5; |
| дифракционная линия (030) | 67,5 - 69,0; |
| дифракционные линии (0312)+(0214) | 129,0 – 132,5 |
| - шаг сканирования, градус | 0,01; |
| - экспозиция в точке, с: | |
| дифракционные линии (012) и (030) | 10; |
| дифракционные линии (0312)+(0214) | 25; |
| - число сканов | 1 |

Абсолютная погрешность дифрактомера при измерении угловых положений дифракционных максимумов определяется как отличие разностей между значениями $2\Theta_{K\alpha 1}$ и $2\Theta_{K\alpha 2}$, для различных зарегистрированных рефлексов от соответствующих разностей между значениями $2\Theta_{K\alpha 1}^{(ГСО)}$ и $2\Theta_{K\alpha 2}^{(ГСО)}$, приведенными для ГСО в таблице 2. Значения углов определяется по средней линии, проведенной по точкам, делящим вершину пика пополам на высоте примерно 2/3 от значения максимальной интенсивности.

Таблица 2

№№ п/п	(hkl)	$2\Theta_{K\alpha 1}^{(ГСО)}$, градус	$2\Theta_{K\alpha 2}^{(ГСО)}$, градус
1	(012)	25,58	-
2	(030)	68,21	68,40
3	(0312)	129,88	130,49
4	(0214)	131,11	131,74

Разности измеренных значений $2\Theta_{K\alpha 1}$ и $2\Theta_{K\alpha 2}$ для дифракционных максимумов (hkl) не должны отличаться от разностей соответствующих значений, приведенных в таблице 2, более чем на $\pm 0,015^\circ$.

Пример: Разность измеренных значений между отражениями (0214) и (012) $2\Theta_{K\alpha 1}$ не должна отличаться более, чем на $\pm 0,015^\circ 2\Theta$ от разности соответствующих теоретических углов тех же отражений: $131,11 - 25,58 = 105,53 \pm 0,015$.

При использовании рентгеновской трубки с другими анодами, следует пользоваться значениями углов, приведенными в таблице 3. Параметры измерений устанавливаются согласно указаниям Руководства по эксплуатации дифрактометра (раздел 8).

Таблица 3

Индекс отражающих атомных плоскостей (индексы Миллера) hkl	Углы 2θ для порошка оксида алюминия (Al_2O_3) (линия $K\alpha_1$ для различных материалов анода рентгеновской трубки)				Относительная интенсивность
	Mo	Co	Fe	Cr	
012	11,698	29,788	32,301	38,413	57,2
104	15,983	41,054	44,602	53,332	89,4
110	17,142	44,161	48,009	57,518	37,6
113	19,582	50,798	55,314	66,593	100
024	23,520	61,870	67,603	82,287	47,3
116	25,588	67,911	74,380	91,266	95,8
124	29,250	79,114	87,132	109,192	38,8

030	29,920	81,248	89,597	112,884	56,8
312	49,299				
214	49,560				

6.4.2. Определение относительного СКО выходного сигнала

Определение осуществляется в следующей последовательности:

- измеряется интенсивность отражения (113) ГСО ПРИ 7а путем счета¹ импульсов рентгеновского излучения с экспозицией 100 с (число измерений n=10).
- на основе полученных данных с помощью электронных таблиц EXEL (или по формуле 1), проводится расчет относительного СКО, выраженного в процентах:

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

где I_i – i-е измеренное значение интенсивности отражения.

$I_{\text{средн}}$ – среднее значение для 10 измерений.

n – число измерений.

Прибор считается прошедшим поверку по 6.4.2. если значение относительного СКО не превышает 1,0 %

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Дифрактометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.2. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.3. Дифрактометры, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

¹Перед началом съема данных, регулируя анодный ток и высоту щели перед блоком детектирования, добиться уровня скорости счета не менее 10^3 с^{-1}