

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Дифрактометр рентгеновский "Shimadzu XRD-7000"

Назначение средства измерений

Дифрактометр рентгеновский "Shimadzu XRD-7000", (далее по тексту дифрактометр) предназначен для измерения угловой зависимости интенсивности отражённого от вещества излучения для последующего вычисления значений параметров кристаллической решетки и оценки качественного фазового состава с использованием баз кристаллографических данных.

Описание средства измерений

Дифрактометр состоит из основного блока и блока обработки данных. В состав основного блока входит генератор рентгеновского излучения, гониометр с контролирующим его процессором и блок детектирования отраженного пучка рентгеновских лучей. Работа генератора рентгеновского излучения и гониометра контролируется блоком обработки данных. Блок обработки данных соединяется с главным блоком посредством кабеля (LAN).

Принцип действия дифрактометра основан на дифракции рентгеновских лучей от атомных плоскостей кристаллической решетки исследуемого вещества. Направляемый из источника пучок рентгеновских лучей отражается от кристаллографически определенных атомных плоскостей и фокусируется на приемной щели детектора. Регистрация дифракционной картины углового распределения отражаемых импульсов (для выделения возникающих Брэгговских отражений от систем различных кристаллографических плоскостей) осуществляется сцинтилляционным детектором - счетчиком количества зарегистрированных отраженных импульсов. Методики измерений и обработки данных изложены в руководстве по эксплуатации № P\N 305-20102-01B. Методики измерений, обработки данных и расчетов метрологических характеристик стандартных образцов и мер, используемых при проведении испытаний и проверки, изложены в прилагаемых к этим стандартным образцам Инструкциях по применению этих стандартных образцов и мер.



Программное обеспечение

Программное обеспечение включает программы управления перемещением счетчика, расположенного на гониометре, программы обработки первичных данных и программы расчета характеристик анализируемых веществ.

Идентификационные данные ПО представлены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (защитный ключ-заглушка)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
XRD	XRD.exe	VI	D2263A1FCEF3 E920E75652585 C29911B	MD5

Компоненты программного обеспечения описаны в "Руководстве по программному обеспечению XRD-7000" (P/N кат. №305-20253-01).

В зависимости от цели последующего анализа характеристик веществ и материалов, программное обеспечение позволяет подвергать данные результатов измерения различной обработке профилей Брэгговских отражений (сглаживание, вычитание фона, вычитание $K\alpha_2$ составляющей) и обработке параметров отражений (поиск отражений, коррекция систематической ошибки, метод внутреннего/внешнего стандарта). Кроме того, возможно проводить качественное и количественное определения фаз в анализируемом веществе, а также другие виды анализа посредством дополнительного программного обеспечения.

Стандартное программное обеспечение для обработки данных включает в себя следующие пункты.

- | | |
|-------------------------------|--|
| (1) Основная обработка данных | Сглаживание
Вычитание фона
Вычитание $K\alpha_2$ составляющей
Поиск Брэгговских отражений (пиков)
Коррекция систематической ошибки
Коррекция методом внутреннего/внешнего стандарта |
| (2) Операции с данными | $a \times f_1(\theta) + b \times f_2(\theta + c)$
a, b, c: коэффициенты |
| (3) Преобразования файлов | Конвертирование из формата данных XRD-7000 в данные ASCII
Конвертирование из формата данных ASCII в данные XRD-7000
Конвертирование из формата данных XD-D1 в данные XRD-7000 |
| (4) Графический просмотр | Вертикальное/горизонтальное размещение данных
Преобразование масштаба оси интенсивности в логарифмическую форму
Смена цветов изображения
Смена типа изображения <ul style="list-style-type: none"> • Пунктирная линия • Точки • Столбцы • Заливка Произвольное масштабирование по осям
Наложение трехмерных изображений <ul style="list-style-type: none"> • Произвольная установка угла наклона • Произвольный выбор удаления невидимых линий |

- (5) Качественный анализ Автоматический поиск с использованием пользовательской базы данных или базы JCPDS PDF1 (опциональная).
- (6) Создание пользовательской базы данных Комплектование групп происходит из данных, полученных на XRD-7000 или из базы данных JCPDS.
- (7) Количественный анализ Создание/регистрация калибровочной кривой
Количественные расчеты
- Расчет по интенсивности (интенсивность, интегрированная интенсивность, соотношение интенсивностей)
 - Метод внутреннего стандарта

Подробности работы программного обеспечения изложены в “Руководстве по программному обеспечению XRD-7000” (P/N 305-20253-01) или в “Руководстве по дополнительному программному обеспечению”.

Метрологически значимая часть ПО, связанная с измерением угловой зависимости интенсивности отраженного излучения размещается на программном диске изготовителя и имеет защиту от доступа и модификации.

Защита программного обеспечения измерения угловой зависимости интенсивности отраженного излучения от непреднамеренного и преднамеренного изменения соответствует уровню "А" по МИ 3286-2010.

Влияние алгоритмов, используемых в программном обеспечении при первичной обработке данных для определения интегральной ширины не более, %

3

в программах вычисления метрологической характеристики средства измерений - интегральная ширина, не более, %.

13

Метрологические и технические характеристики

Диапазон измерений угловых позиций дифракции (2θ) (Брэгговских отражений), градус	от 12 до 162
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерения угловых позиций Брэгговских отражений по 2θ , градус:	$\pm 0,007$
Диапазон измерения параметров кристаллической решётки, нм,	от 0,2 до 1,4
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения параметров кристаллической решетки, нм,	$\pm 0,00002$
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерения параметров кристаллической решетки, нм,	$\pm 0,000001$
Диапазон измерения отношений интегральных интенсивностей, %	от 4 до 100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения отношения интегральных интенсивностей, %,	± 4
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерения отношения интегральных интенсивностей, %,	± 2
Диапазон измерения интегральной ширины Брэгговских отражений по 2θ , градус	от 0,1 до 3,0
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерения интегральной ширины Брэгговских отражений по 2θ , градус	$\pm 0,005$
Диапазон измерения ширины на полувысоте Брэгговских отражений (FWHM) по 2θ , градус	от 0,1 до 3,0

Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерения ширины на полувысоте Брэгговских отражений (FWHM) по 2Θ , градус $\pm 0,003$

Радиус гониометра, мм, стандартный переменный	275 от 200 до 275
Минимальное значение угла перемещения гониометра, градус	0,0001
Напряжение на аноде рентгеновской трубки, кВ, не более,	60
Анодный ток рентгеновской трубки, мА, не более,	80
Время установления рабочего режима, мин, не более	30
Напряжение питания установки частотой (при 50 ± 1) Гц, В,	220 ± 20
Потребляемая мощность, (без компьютера и охлаждающего блока), В·А, не более	5000
Габаритные размеры ширина × длина × высота (без компьютера), мм:	1120×1049×1790
Масса, кг, (без компьютера, охлаждающего блока и трансформаторов), не более	600
Продолжительность непрерывной работы, ч,	без ограничений
Время наработки на отказ, ч, не менее	2000
Мощность эквивалентной дозы в рабочем положении в любой точке на расстоянии 0,1 м от поверхности защиты, мкЗв/ч, не более	1,0
Условия эксплуатации:	
Диапазон рабочих температур, °С,	22 ± 5
Диапазон значений относительной влажности (при 23 °С), %,	60 ± 10
Диапазон атмосферного давления, гПа,	от 950 до 1030

Знак утверждения типа

Знак утверждения типа наносится на титульный лист Паспорта методом компьютерной графики и на корпус прибора, окрашиванием, с указанием названия прибора, модели, заводского номера и даты выпуска.

Комплектность средства измерений

Наименование	Кат. №	Количество	Примечание
<Гониометр>			
Коробка для хранения стандартных принадлежностей	038-03014-03	1	
D Щель Соллера	215-22466	1	держатель щелей
R Щель Соллера	215-22481	1	держатель щелей
Держатель образца	214-22483	1	
Щель, 0,05-10R	215-22495-01	1	
Щель, D0,5-R	215-22495-02	1	
Щель, D1-R	215-22495-03	1	
Щель, D2-R	215-22495-04	1	
Щель, S0,5-L	215-22582-01	1	
Щель, S1-L	215-22582-02	1	
Щель, S2-L	215-22582-03	1	
Щель, 0,15-20R	215-22581-04	1	
Щель, 0,3-20R	215-22581-06	1	
Фиксаторы	215-22506	2	
Винт с шестигранной шляпкой, М3*8	022-25003-21	2	
Установочный шаблон	215-22505	1	
Фильтр, Ni	215-22500-02	1	
Поглотитель Al	215-22503	1	

Подложка для стандартного образца	215-22507-01	1 комплект	5 штук
Стандартный образец (порошок Si)	215-21723	1	325 меш, 20 г
Стеклопластиковая пластина	200-15541	1	
Медицинская оберточная бумага	046-00998-03	1	
Шестигранный ключ	086-03819	1	2,5 мм
Шестигранный ключ	086-03804	1	3 мм
Шестигранный ключ	086-03805	1	4 мм
Шестигранный ключ	086-03806	1	5 мм
Направляющая детектора	215-23904	1	Тип S *1
Фиксатор	215-23905	1	Для направляющих детектора
Винт с шестигранным отверстием, М5*8	022-27083	1	Для направляющих детектора
<Рентгеновская трубка>			
Рентгеновская трубка, А-45-Сu	062-40003-03	1	2 КВт (тип *2)
Рентгеновская трубка, РW-2253/20	210-24016-21	1	2,7 КВт (тип *3)
<Водяное охлаждение>			
Шланг в оплетке Тетрон 12*18	018-31506	15 м	
Хомут, BS5315 20	037-61104-03	4	
<Кабель электропитания>			
Кабель электропитания, 8 мм ² *3	215-22919	7 м	С зажимными разъемами Ø 6
Заземляющий кабель, 6 мм ² *1	215-22920-01	7 м	С зажимными разъемами Ø 6
<Инструкции>			
Инструкция по эксплуатации XRD-7000	305-20256-01	1	Данное руководство
Инструкция по программному обеспечению XRD-7000	305-20253-01	1	
Инструкция по эксплуатации рентгеновской трубки А-45-Сu	305-20103-01	1	2 КВт (тип *2)

• Примечание 1) Направляющая для детектора типа L, или одна типа S поставляются вместе с оборудованием.

2,3) Рентгеновская трубка на 2 КВт (тип *2) или на 2,7 КВт (тип *3) вместе с инструкцией по эксплуатации поставляются с оборудованием.

Поверка

осуществляется по методике поверки МП 48288-11 “Дифрактометр рентгеновский Shimadzu XRD-7000” “Методика поверки”, являющейся приложением А к Руководству по эксплуатации и утвержденной ГЦИ СИ ФГУП “ВНИИМС” 28 октября 2011 г.

Основные средства поверки: комплект стандартных образцов и мер на основе дифракционных свойств кристаллической решетки, включающий стандартные образцы утвержденного типа № 9575-2010, ПРФ-3; № 9574-2010, ПРФ-12; № 304-23-2010, ПРФС-23; № 8631-2004, ПРИ-7а; № 304-14-2010, Мера угловая физического уширения Брэгговских отражений, МФУ-2-3.

Сведения о методиках (методах) измерений

МВИ дифракционных свойств кристаллической решетки (параметры кристаллической решетки гексаборида лантана), ПРФ-12 № 304-14-10;

МВИ параметра кристаллической решетки порошковых материалов (кремний) № 304-14-09а;

МВИ параметра кристаллической решетки порошковых материалов (купрат иттрия-бария) № 304-14-11;

МВИ дифракционных свойств кристаллической решетки (относительные интегральные интенсивности дифракционных отражений оксида алюминия), № 304-ОИ-3-05.

Нормативные документы устанавливающие требования к дифрактометру рентгеновскому "Shimadzu XRD-7000"

1. ГОСТ Р 51350-99 "Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Общие требования".
2. Основные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99) СП 2.6.1.799-99.
3. Нормы радиационной безопасности (НРБ-99) СП 2.6.1.758-99.
4. СанПиН №5170-90. Санитарные правила работы с источниками низкоэнергетического рентгеновского излучения.
5. Руководство по эксплуатации - рентгеновские дифрактометры серии "Shimadzu XRD-7000", Спецификация (Паспорт).

Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

Выполнение работ по оценке соответствия промышленной продукции и продукции других видов, а также иных объектов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям.

Изготовитель

Фирма SHIMADZU CORPORATION, Япония
International Marketing Division 3.
Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone: 81(3)3219-5641 Fax. 81(3)3219-5710,
URL <http://www.shimadzu.com>

Заявитель

ФГУП "ВНИИОФИ"
Юридический адрес: 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46

Испытатель

Государственный центр испытаний средств измерений ФГУП "ВНИИМС"
(ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМС")
Юридический адрес:
119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46
тел. (495) 437 6677, факс (495) 437 5666
E-mail: office@vniims.ru

Регистрационный номер аттестата аккредитации государственного центра испытаний средств измерений № 30004-08 от 27.06.2008 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

Е.Р. Петросян

М.п. «__» _____ 2011 г.