

II. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Настоящий раздел технического описания устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок дифрактометров ДРОН-4.

Дифрактометры подлежат ведомственной поверке.

Периодичность поверки - один раз в 2 года.

II.1. Операции и средства поверки

При проведении поверки должны выполняться операции и применяться средства поверки, указанные в табл.7

Таблица 7

Наименование операции	Номера пунктов ТО	Средства поверки
Внешний осмотр	II.4.1	Не используются
Опробование	II.4.2.	Контрольный образец кварца *
Определение мощности экспозиционной дозы	II.4.3.1	Контрольный образец кварца; трубка рентгеновская 2,5 БСВ 27-Мо конструктивное исполнение 3 ОДО.339.384 ТУ;
Определение диапазона углов поворота и допустимого отклонения от заданного угла поворота блока детектирования	4.3.2	дозиметр ДРГЗ-02 ЖЩО.128.010 ТУ Не используются

Продолжение табл. 7

Наименование операции	Номера пунктов ТО	Средства поверки
Определение основной аппаратурной погрешности измерения скорости счета импульсов рентгеновского излучения	4.3.3	Контрольный образец кварца

Примечание. * - методика изготовления контрольного образца кварца приведена в п. II.6 настоящего описания

II.2. Требования безопасности

II.2.1. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, изложенные в техническом описании и инструкции по эксплуатации на дифрактометр.

II.2.2. Процесс проведения поверки следует относить к вредным условиям труда.

II.3. Условия проведения поверки и подготовка к ней

II.3.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ при допуске в момент колебания температуры за время поверки не более, чем на $\pm 2^\circ\text{C}$;

атмосферное давление 84-107 кПа (630-800 мм рт.ст.);

относительная влажность воздуха от 45 до 80 %;

отклонение напряжения питания не более, чем на $\pm 2\%$ от номинального значения;

частота питания (50±1) Гц;
отсутствие механических воздействий и внешних электрических и магнитных полей (кроме земного).

II.3.2. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

II.3.2.1. Должна быть проведена ведомственная поверка - блоков детектирования пропорциональных БДП и сцинтилляционных БДС;

- комплекса управляющего дифрактометрического КУД-2,
- комплекса базового рентгеновского КБР,
входящих в состав дифрактометра

II.3.2.2. Поверяемый дифрактометр должен быть установлен так, чтобы он не нагревался от внешних источников тепла и не испытывал толчков и ударов.

II.3.2.3. Поверяемый дифрактометр перед включением в сеть питания должен быть заземлен.

II.3.2.4. Поверяемый дифрактометр должен быть подвергнут прогреву в течение 1 ч.

II.4. Проведение поверки

II.4.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие поверяемого рентгеновского дифрактометра следующим требованиям:

представляемый на поверку дифрактометр должен быть полностью укомплектован (кроме запасных частей и принадлежностей);

дифрактометр не должен иметь механических повреждений;

или неисправностей регулировочных и соединительных элементов, влияющих на его нормальную работу.

II.4.2. Опробование

Опробование дифрактометра проводится снятием рентгенограммы контрольного образца кварца в интервале углов $67-69^\circ$ с выводом информации на самопишущий прибор.

Режим работы рентгеновской трубки 2,5 БСВ 27-Сu - 40 кВ, 20 мА.

На гониометре должны быть установлены щели:

на первичном пучке - 2,0 мм; 8,0 мм;

перед блоком детектирования - 0,1 мм;

щель Соллера с расходимостью $1,5^\circ$.

Скорость движения блока детектирования - $1/2^\circ/\text{мин}$.

Уровень скорости счета - 10^3 с^{-1} .

Скорость движения диаграммной бумаги - 720 мм/ч.

Постоянная времени - 1 с.

Установив описанный режим, проведите съемку рентгенограммы.

Сравните полученную рентгенограмму с приведенной на рис. 14. Уровень интенсивности в минимуме между отражениями $203d_1$ и $203d_2$, $301d_1$ должен быть не выше интенсивности в максимуме $212d_2$.

II.4.3. Определение метрологических характеристик

II.4.3.1. Определение мощности экспозиционной дозы рентгеновского излучения осуществляется с помощью дозиметра ДРГЗ-02 со всеми приставками, входящими в комплект гониометра, установленным образцом, щелями 2,00; 12,00; 0,25 мм и щелью Соллера $2,5^\circ$.

Режим работы рентгеновской трубки 2,5 БСВ 27-Мо -

60 кВ, 42 мА.

Мощность экспозиционной дозы рентгеновского излучения, измеренная на расстоянии 50 мм от поверхности защиты при работе дифрактометра с приставкой ГП-13, входящей в комплект устройства ГУР-9; не должна превышать $1,8 \cdot 10^{-10}$ (2,5 мР/ч).

II.4.3.2. Определение диапазона углов перемещения и допускаемого отклонения от заданного угла поворота блока детектирования.

Проверка проводится в автоматическом режиме прохождением угловых диапазонов в соответствии с табл.8

Таблица 8

Начальный угол диапазона сканирования, $2\theta_n, ^\circ$	Конечный угол диапазона сканирования, $2\theta_k, ^\circ$	Шаг сканирования $\Delta 2\theta, ^\circ$	Кратность сканирования K_c	Кратность измерения фона K_ϕ
-100	-70	10	1	1
0	20	1,00	1	1
100	110	0,50	1	1
130	131	0,10	1	1
164	164,5	0,01	1	1
167,97	168	0,001	1	1

Прохождение положительной и отрицательной областей углов осуществляется отдельно. После прохождения блоком детектирования каждого заданного диапазона считайте со шкалы гониометра и запишите конечный угол диапазона.

Отклонение от заданного угла поворота блока детектирования в автоматическом режиме определяется как разность между считанными и зарегистрированными значениями конечных углов каждого диапазона.

II.4.3.3. Определение основной аппаратурной погрешности осуществляется с помощью изменения интенсивности в точке путем отсчета импульсов рентгеновского излучения $\text{Cu K}\alpha_1$ с экспозицией 100 с при отражении первого порядка ($10\bar{1}1$) контрольного образца кварца.

Необходимо провести три серии по 11 измерений. Длительность каждой серии - не менее 1 ч.

Условия испытаний должны соответствовать п.3.13 ТО.

Подключается дифрактометр к питающей сети. При напряжении на аноде рентгеновской трубки 2,5 БСВ 27-Сu 40 кВ, регулируя ток анода и высоту щели вертикальной расходимости перед блоком детектирования, добейтесь уровня скорости счета $(8 \cdot 10^3 - 10^4) \text{ с}^{-1}$. При этом на гониометре должны быть установлены щели:

на первичном пучке - 0,5 мм - щель горизонтальной расходимости;

расходимости;

- 0,6 мм - щель вертикальной

перед блоком детектирования - 2,0 мм - щель горизонтальной расходимости.

Установите также β -фильтр (Ni), входящий в комплект дифрактометра. Первое измерение проведите через 1 ч прогрева дифрактометра в интегральном режиме измерения.

В процессе измерения образец не должен вращаться.

Для каждой серии измерений рассчитывают дисперсию

по формуле

$$S_l^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (N_i - \bar{N}_e)^2}{10} \quad (II)$$

где N_i - зарегистрированное число импульсов за 100 с при i -том измерении в данной серии;
 \bar{N}_e - среднее арифметическое значение зарегистрированного числа импульсов за 100 с в серии;
 l - номер серии.

Найденные дисперсии проверьте на однородность. Отношение максимальной дисперсии S_{max}^2 к сумме всех дисперсий $\sum_{l=1}^s S_l^2$ должно быть не более 0,674. В противном случае после выяснения и устранения причин неоднородности дисперсий повторите измерения.

Основную аппаратную погрешность A_0 в процентах определите по формуле:

$$A_0 = \frac{100}{\bar{N}} \sqrt{\bar{S}^2 - \sigma_{теор}^2} \quad (I2),$$

где $\sigma_{теор}^2 = \bar{N}$

\bar{N} - среднее число импульсов, зарегистрированных во всех сериях;
 \bar{S}^2 - усредненная дисперсия по всем сериям.

Если $\bar{S}^2 < \sigma_{теор}^2$, то значение A_0 принимают равным нулю.

Полученное значение A_0 не должно превышать значения по п.3.13 ТО с учетом изменений показаний дифрактометра в зависимости от условий проведения испытаний в соответствии с пп 3.14 и 3.15 ТО.

II.5. Оформление результатов поверки

II.5.1. Дифрактометры ДРОН-4, прошедшие поверку с положительными результатами, допускаются к применению.

II.5.2. При положительных результатах первичной и периодической поверки в формуле поверенного дифрактометра производится соответствующая запись с указанием даты поверки.

II.5.3. Запись в формуле результатов первичной и периодической поверки заверяется подписью поверителя и оттиском поверительного клейма.

II.5.4. При отрицательных результатах поверки дифрактометры не допускаются к выпуску из производства, а находящиеся в эксплуатации дифрактометры запрещаются к применению, и в формуляре производится запись о их непригодности.

II.6. Методика изготовления контрольного образца кварца

Контрольный образец кварца готовится из кварца молотого пылевидного ГОСТ 9077-82.

II.6.1. Приборы и оборудование

Кварц молотый пылевидный ГОСТ 9077-82, навеска -

3 г.

Ступка и пестик агатовые

Лопаточка для насыпания порошка

Спирт этиловый технический ГОСТ 17299-78 - 3-4 мл

Пипетка

Микросито для просеивания частиц № 002 ГОСТ 3584-73

Микросито для просеивания частиц № 005 ГОСТ 3584-73

Плексиглазовая ковета с диаметром лунки 28 мм и глубиной 2 мм из комплекта ЗИП ГУР-9

Пластина с острым лезвием для выравнивания поверхности образца

Весы лабораторные ВЛР-20 с диапазоном 20 г и погрешностью измерения $\pm 0,02$ мг (или аналогичные)

ТУ 25-06.ИИЗІ-75

II.6.2. Приготовление образца

II.6.2.1. Насыпьте порошок кварца в агатовую ступку, смочите ~ 2 мл спирта и при помощи пестика растирайте до такой консистенции, при которой порошок начинает прилипать к стенкам ступки.

Недостаточное измельчение приводит к большому статистическому разбросу измеренных интенсивностей из-за микропоглощения и экстинкции.

В крупных зернах порошка помимо экстинкции может возникать случайная ошибка из-за флуктуаций числа кристаллитов, попадающих в отражающее положение при съемке пробы.

Следует избегать длительных растираний, при которых может происходить аморфизация части пробы.

II.6.2.2. Просейте полученный порошок через сито № 002.

Остаток на сите должен составлять 80 % от навески, взятой для приготовления образца.

Такая крупность порошка позволяет получить образец необходимой плотности.

II.6.2.3. С помощью сита № 005 из остатка на сите № 002 отберите порошок с оптимальным размером частиц не более 50 мкм.

II.6.2.4. В лунку ковчегу диаметром 28 мм и глубиной 2 мм набейте и припрессуйте смесь порошка кварца со спиртом. Порошок должен быть полностью смочен спиртом (~ 1 мл), см.рис. I

Приготовление порошкового образца

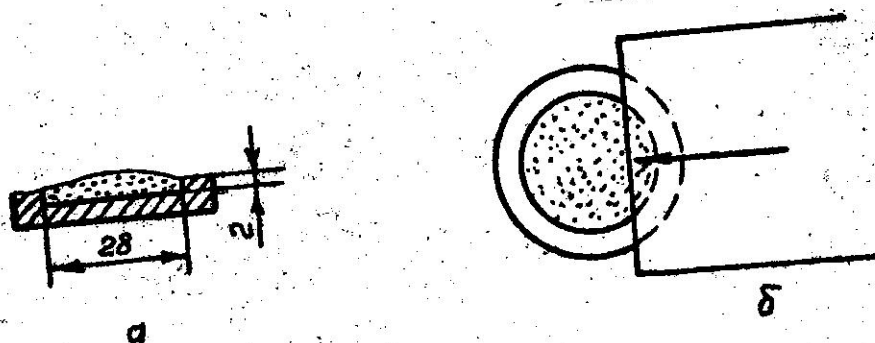


Рис. I

При этом достигается значительная разориентация пробы, т.к. быстрое улетучивание спирта препятствует возникновению преимущественной ориентации кристаллитов образца.

Указанные размеры лунки позволяют избежать потерь первичного пучка рентгеновского излучения по площади (рис. 2 а) и по глубине (рис. 2 б).

Съемка плоского образца по схеме Брегга-Брентано

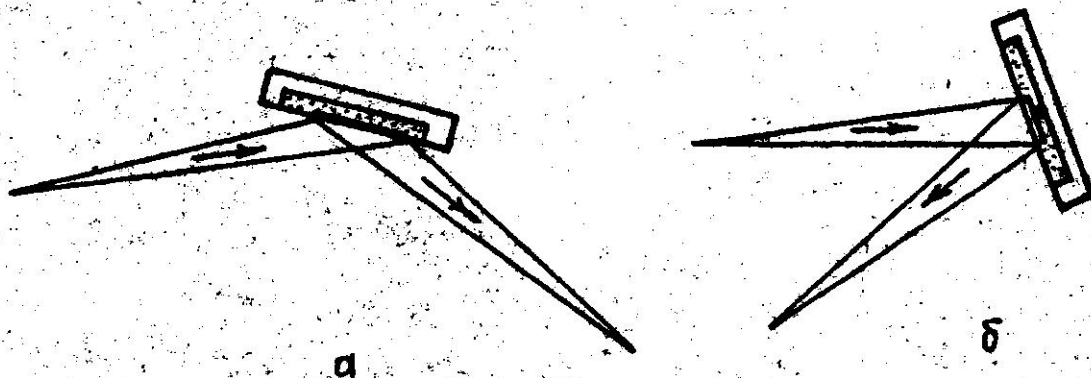


Рис. 2

II.6.2.5. Избыток порошка, набитого в кювету, срежьте острым лезвием пластины (рис. I б) до получения ровной поверхности.

Поверхность приготовленного образца должна быть без различных визуально трещин, неровностей и т.п. дефектов. Не следует приглаживать поверхность образца, т.к. это приводит к текстурированию.

В случае неудачного среза в кювету добавляют порошок кварца, смачивают его спиртом и операцию повторяют.

II.6.3. Контроль образца

II.6.3.1. Кювета, в которую запрессовывается образец, взвешивается на весах ВЛР-20 до заполнения образцом и после.

Чистый вес порошка, запрессованного в кювету, должен быть 1,9-2 г.