

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

СОГЛАСОВАНО  
И.о. генерального директора ФГУП  
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»  
А.Н.Пронин  
2021 г.

ЗАМЕСТИТЕЛЬ  
ГЕНЕРАЛЬНОГО ДИРЕКТОРА  
КРИВОЗОВ  
ДОВЕРЕННОСТЬ  
ОТ 17

М.п.



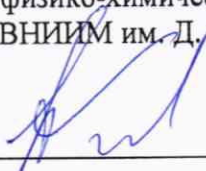
Государственная система обеспечения единства измерений

Дифрактометры рентгеновские Agex-D


МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-2427-2021

И.о. руководителя отдела государственных эталонов  
в области физико-химических измерений  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
А.В.Колобова

Ст. научный сотрудник

  
М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург  
2021

Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские Agex-D (далее по тексту –дифрактометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методика поверки обеспечивает прослеживаемость поверяемых дифрактометров (при реализации на них методов (методик) измерений путем использования стандартных образцов утвержденного типа) к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения».

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенное измерение поверяемым средством величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений или поверка для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

## 1 Перечень операций поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	6	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование	7	Да	Да
Проверка программного обеспечения	8	Да	Да
Определение метрологических характеристик	9	Да	Да

## 2 Требования к условиям проведения поверки

2.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 18 до 27 °С;

- относительная влажность воздуха не более 80 %.

## 3 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

3.1 К работе с дифрактометрами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого дифрактометра и инструкциями (руководствами) по применению средств измерений, стандартных образцов и вспомогательных средств поверки и имеющие квалификацию не ниже бакалавра (инженера) и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

#### 4 Метрологические и технические требования к средствам поверки

4.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
7, 9	Государственный стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 или ГСО 10440-2014 или ГСО 11420-2019.
2	- термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например, ФИФ №22129-09; ФИФ № 69566-17 или аналогичные);

4.2. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых дифрактометров с требуемой точностью.

4.3. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, а ГСО действующий паспорт.

#### 5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

5.1. При проведении поверки нельзя прикасаться к частям корпуса дифрактометра, на которые нанесены предупреждающие знаки.

5.2. При проведении поверки требуется следовать правилам безопасности, изложенным в разделе 1 Руководства по эксплуатации дифрактометров

#### 6 Внешний осмотр средства измерений

6.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие дифрактометров следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- четкость надписей на лицевой панели.
- маркировка должна соответствовать требованиям эксплуатационной документации.

Дифрактометр считают выдержавшими внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

#### 7 Подготовка к поверке и опробование

7.1 Включить питание прибора, следуя порядку действий, указанному в Руководстве по эксплуатации дифрактометров.

7.2. Осуществить прогрев рентгеновской трубки прибора согласно рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации дифрактометров.

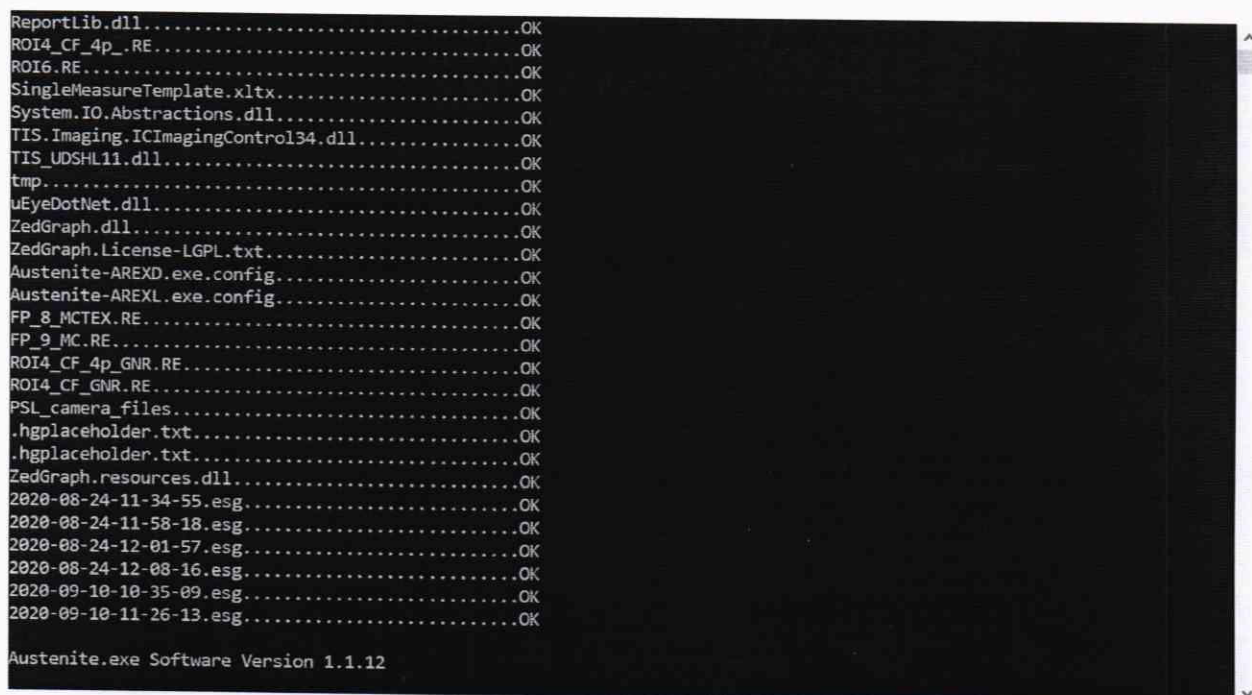
7.3. Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

## 8. Проверка соответствия программного обеспечения

8.1. Проверка соответствия программного обеспечения состоит в проверке версии метрологически значимой части автономного ПО (файл austenite.exe). Информация о версии выводится на экран с помощью программы «ArenxVersionControl», которая располагается в папке «AUSTENITE».

Копия экрана с версией ПО показана на рисунке 1. Сведения о версии ПО указаны в нижней строке экрана.

Дифрактометр считается выдержавшим проверку по п.8.1, если версия ПО не ниже 1.1.12.



```
ReportLib.dll.....OK
ROI4_CF_4p_RE.....OK
ROI6_RE.....OK
SingleMeasureTemplate.xltx.....OK
System.IO.Abstractions.dll.....OK
TIS.Imaging.ICImagingControl34.dll.....OK
TIS_UDSHL11.dll.....OK
tmp.....OK
uEyeDotNet.dll.....OK
ZedGraph.dll.....OK
ZedGraph.License-LGPL.txt.....OK
Austenite-AREXD.exe.config.....OK
Austenite-AREXL.exe.config.....OK
FP_8_MCTEX.RE.....OK
FP_9_MC.RE.....OK
ROI4_CF_4p_GNR.RE.....OK
ROI4_CF_GNR.RE.....OK
PSL_camera_files.....OK
.hgplaceholder.txt.....OK
.hgplaceholder.txt.....OK
ZedGraph.resources.dll.....OK
2020-08-24-11-34-55.esg.....OK
2020-08-24-11-58-18.esg.....OK
2020-08-24-12-01-57.esg.....OK
2020-08-24-12-08-16.esg.....OK
2020-09-10-10-35-09.esg.....OK
2020-09-10-11-26-13.esg.....OK
Austenite.exe Software Version 1.1.12
```

Рисунок 1- Окно с идентификационными данными ПО

## 9. Определение метрологических характеристик.

9.1. Определение абсолютной погрешности дифрактометра при измерении угловых положений дифракционных максимумов и относительного СКО выходного сигнала.

9.2. На платформе прибора устанавливается стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки. Образец должен полностью закрывать крест нитей при выборе вкладки Camera в окне программного обеспечения.

9.3. Проводится регистрация углового положения двух максимумов дифрактограммы для отражений, указанных в таблице 3 и величины интенсивности в максимумах. Время экспозиции 180 секунд. Значения углов определяются по полуширине максимума на половине его высоты, расчет проводится в программе MS Excel. Измерения повторяют 10 раз.

Используя полученные данные вычисляют:

-величину абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов по формуле:

$$\Delta_i = 2\Theta_{i(\text{изм})} - 2\Theta_{\text{заданн}} \quad (1)$$

где:  $2\Theta_{\text{изм}}$  - измеренное значение угла;  
 $2\Theta_{\text{заданн}}$  - действительное (расчетное) значение угла (см. табл.3);

-относительное СКО выходного сигнала, выраженное в процентах:

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

где:  $I_i$  -  $i$ -е измеренное значение интенсивности отражения.  
 $I_{\text{средн}}$  - среднее значение для 10 измерений.  
 $N$  - число измерений.

9.4 За величину абсолютной погрешности дифрактометра при измерении угловых положений дифракционных максимумов принимают максимальное значение  $\Delta_i$ .

Дифрактометр считается выдержавшим проверку по п.9.3, если наибольшее значение  $\Delta_i$  не превышает  $\pm 0,15$  градуса, а относительное СКО выходного сигнала не превышает 1,5 %.

Таблица 3 - Угловое положение дифракционных максимумов  $2\Theta$

№п/п	Материал анода	Длина волны ( $\lambda$ )	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума, градус
			h	k	l	
1	Молибден (Mo)	0,0713	1	1	6	25,7241
2			1	0	10	33,4409

Примечание к таблице 3: Значения угловых положений дифракционных максимумов являются ориентировочными. Точные значения рассчитываются исходя из параметров решетки (a) и (c), указанных в паспорте ГСО, применяемого для поверки:

$$2\theta_{\text{ГСО}} = 2 \times 57,3 \times \arcsin \frac{n\lambda}{2d} \quad (3)$$

где:  $n$  – число отражений (принимается равным 1).

$\lambda$  – длина волны излучения используемого анода.

$d$  – межплоскостное расстояние дифракционного максимума, определяемое по формуле<sup>1</sup>:

<sup>1</sup> формула приведена для структур гексагональной сингонии, к которой относится ГСО 1976а и 1976б.

$$d = \frac{ac \times 3^{\frac{1}{2}}}{(4h^2c^2 + 4hkc^2 + 4k^2c^2 + 3l^2a^2)^{\frac{1}{2}}} \quad (4)$$

где: a, c – параметры элементарной ячейки, указанные в паспорте используемого ГСО, h, k, l – индексы Миллера.

## 10. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

10.2. Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводятся результаты определения метрологических характеристик и другая дополнительная информация в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

10.3. Дифрактометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

10.4. Знак поверки наносится на лицевую панель дифрактометра (слева от наименования) и (или) на свидетельство о поверке.