



**НИЦПВ**

**АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО  
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»**

**СОГЛАСОВАНО  
Генеральный директор  
АО «НИЦПВ»**



\_\_\_\_\_  
Д.М. Михайлюк

« 14 » мая 2025 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские многофункциональные  
МИРА**

**Методика поверки  
МП ДИ25-8-2025**

Москва  
2025

## СОДЕРЖАНИЕ

1. Общие положения .....	3
2. Перечень операций поверки .....	3
3. Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	3
4. Требования по обеспечению безопасности проведения поверки.....	4
5. Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	4
6. Требования к условиям проведения поверки.....	4
7. Внешний осмотр дифрактометра.....	4
8. Подготовка к поверке и опробование дифрактометра.....	5
9. Проверка программного обеспечения .....	5
10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	5
11. Оформление результатов поверки.....	7

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские многофункциональные МИРА (далее - дифрактометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Дифрактометры предназначены для измерений угловых положений дифракционных пиков (максимумов), возникающих при воздействии коллимированного рентгеновского излучения на анализируемый объект, при решении задач рентгенодифракционного и рентгеноструктурного анализа.

1.3 При проведении поверки измеряемые дифрактометрами значения величин прослеживаются через изготовителя ГСО 10475-2014 (SRM 1976b) National Institute of Standards and Technology, США, к единице международной системы единиц (СИ) - метру.

1.4 Поверка дифрактометров проводится методом непосредственного сличения с ГСО 10475-2014.

## 2 Перечень операций поверки

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

Таблица 1 - Операции, выполняемые при проведении поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр дифрактометра	7	Да	Да
2. Подготовка к поверке и опробование дифрактометра.	8	Да	Да
3. Проверка программного обеспечения дифрактометра	9	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10		
4.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу $2\theta$	10.1	Да	Да
4.2 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10.2	Да	Да

2.2 Проведение поверки в сокращенном объеме не предусмотрено.

## 3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении поверки применяются средства поверки, указанные в таблице 2.



Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.п. 10.1-10.2	Стандартный образец с параметрами кристаллической решетки: $a = 0,4759137$ нм, расширенная неопределенность $U=0,0000080$ нм, $c = 1,299337$ нм, расширенная неопределенность $U=0,000015$ нм.	СО дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014 (SRM 1976b) – далее ПО-1
п.8	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от $+15^{\circ}\text{C}$ до $+30^{\circ}\text{C}$ с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ . Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более $\pm 3$ %.	Прибор комбинированный Testo 622, рег. №53505-13

3.2 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, стандартные образцы и средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2.

#### 4 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80 «Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности».

4.2 Должны соблюдаться «Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений» ОСП-72/87, «Нормы радиационной безопасности» НРБ-99/2009.

#### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 Операции поверки проводятся юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в установленном порядке.

5.2 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;
- знающие основы рентгеновской дифрактометрии;
- изучившие Руководство по эксплуатации и Методику поверки поверяемого дифрактометра.

#### 6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды,  $^{\circ}\text{C}$ .....от  $+20$  до  $+30$
- относительная влажность воздуха, % .....от 10 до 75

#### 7 Внешний осмотр дифрактометра

7.1 При внешнем осмотре должны быть установлены:

- надёжность крепления соединительных элементов;



- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики дифрактометра;
- исправность органов управления;
- соответствие внешнего вида дифрактометра сведениям, приведенным в описании типа;
- четкость обозначений и маркировки;
- наличие и исправность заземления.

7.2 Результаты внешнего осмотра дифрактометра считают положительными, если выполняются все требования п. 7.1.

## 8 Подготовка к поверке и опробование дифрактометра

8.1 Убедиться в соответствии условий проведения поверки требованиям п.6.

8.2 Подготовку дифрактометра к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации. Перед проведением поверки дифрактометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 30 минут.

8.3 В соответствии с руководством по эксплуатации провести юстировку всех рентгено-оптических компонентов, детектора.

8.4 В соответствии с руководством по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющим ПК и дифрактометром.

8.5 Убедиться в возможности сканирования по углу  $2\theta$  в диапазоне от  $0^\circ$  до  $+160^\circ$ .

8.6 Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки по п. 8 с положительным результатом, если выполнены все требования п.п.8.1-8.5.

## 9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для идентификации программного обеспечения (далее – ПО) дифрактометра необходимо:

- включить дифрактометр;
- запустить рабочую программу дифрактометра согласно руководству по эксплуатации;
- открыть меню “Справка”, активировать подменю “О программе”;
- считать название программного обеспечения и номер версии.

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	MIRA
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.0.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО	-

## 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

### 10.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу $2\theta$

10.1.1 Установить в дифрактометр поверочный образец ПО-1 (ГСО 10475-2014) и провести юстировочные работы в соответствии с п.2.4 Руководства по эксплуатации.

10.1.2 Установить параметры:

- напряжение и ток рентгеновской трубки 40 кВ; 0.8 мА (для МИРА 50);
- напряжение и ток рентгеновской трубки 30 кВ; 3 мА (для МИРА 300);
- угол рентгеновской трубки  $0^\circ$ ;
- угол детектора  $0^\circ$ ;
- тип сканирования 2Theta (S-D);
- конечный угол  $160^\circ$ ;



- шаг сканирования 0,05°;
- скорость сканирования 6°/мин

10.1.3 Провести сканирование по углу  $2\theta$  в диапазоне от 0° до +160°. Убедиться в наличии отличного от нуля сигнала дифракции во всем диапазоне сканирования.

10.1.4 Установить интервалы сканирования (в градусах) в зависимости от материала анода рентгеновской трубки в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 – Интервалы сканирования (в градусах) в зависимости от материала анода используемой рентгеновской трубки

Cu	Mo	Co	Fe	Cr
от 24,5 до 26,5	от 10,7 до 12,7	от 28,8 до 30,8	от 31,3 до 33,3	от 37,4 до 39,4
от 34,1 до 36,1	от 15 до 17	от 40 до 42	от 43,6 до 45,6	от 52,3 до 54,3
от 56,5 до 58,5	от 24,5 до 26,5	от 66,5 до 69	от 73,3 до 75,5	от 90,2 до 92,3
от 88 до 90	от 36,7 до 38,7	от 108 до 110	от 122,5 до 124,5	-
от 126,7 до 129	от 47,8 до 49,8	-	-	-

10.1.5 Провести сканирование в интервалах сканирования по п.10.1.4, задав время накопления в каждой точке не менее 6 с, и определить угловые положения максимумов рефлексов по углу  $2\theta$  для индексов отражения (012), (104), (116), (0.2.10), (1.3.10), паспортные значения которых для излучения  $K_{\alpha 1}$  указаны в таблице 5 (паспортные значения угловых положений пика  $2\theta$  для различных материалов анода рентгеновской трубки рассчитаны на основе аттестованных значений параметров  $a$  и  $c$  кристаллической решетки ГСО 10475-2014 и данных таблицы стандартных справочных данных ГСССД 252-2011).

10.1.6 Провести пятикратные измерения по п. 10.1.5 и определить средние значения  $2\theta(hkl)_{изм}$  (в градусах) угловых положений максимумов рефлексов для индексов отражения (hkl): (012), (104), (116), (0.2.10), (1.3.10).

10.1.7 Определить для каждого индекса отражения отклонение средних измеренных значений  $2\theta(hkl)_{изм}$  от паспортных  $2\theta(hkl)_{пасп}$ , указанных в таблице 5, по формуле:

$$\Delta(hkl) = 2\theta(hkl)_{изм} - 2\theta(hkl)_{пасп} \quad (1)$$

Таблица 5 - Паспортные значения угловых положений максимумов рефлексов для стандартного образца ГСО 10475-2014 ( $K_{\alpha 1}$  линия излучения) и различных материалов анода рентгеновской трубки

Индекс отражения (hkl)	Паспортное значение $2\theta(hkl)_{пасп}$ углового положения пика $2\theta$				
	Cu	Mo	Co	Fe	Cr
012	25,575°	11,698°	29,787°	32,299°	38,411°
104	35,147°	15,982°	41,050°	44,597°	53,327°
116	57,495°	25,587°	67,904°	74,372°	91,257°
0.2.10	88,989°	37,650°	108,946°	123,462°	-
1.3.10	127,669°	48,817°	-	-	-

10.1.8 Определить пределы абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу  $2\theta$  по формуле:

$$\Delta(2\theta) = \pm \max\{|\Delta(012)|, |\Delta(104)|, |\Delta(116)|, |\Delta(0.2.10)|, |\Delta(1.3.10)|\} \quad (2)$$

## 10.2 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.2.1 Результаты проверки диапазона измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу  $2\theta$  считать положительными, если выполнено требование п.10.1.3. При этом диапазоном измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу  $2\theta$  следует считать диапазон от  $0^\circ$  до  $+160^\circ$ .

10.2.2 Результаты определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу  $2\theta$  считать положительными, если значения  $\Delta(2\theta)$ , определенные по формуле (2), находятся внутри интервала  $\pm 0,04^\circ$ .

## 11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.10.1 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.2 настоящей методики. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

11.2 Дифрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится в виде оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке дифрактометра.

11.3 При отрицательных результатах поверки дифрактометр запрещают к применению. Извещение о непригодности, оформленное в соответствии с требованиями нормативно-правовых актов в области обеспечения единства измерений, выдают по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Сведения о результатах поверки (положительных или отрицательных) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальника отдела АО «НИЦПВ»,  
кандидат физ.-мат. наук



В.Б. Митюхляев