



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

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «НИЦПВ»



Д.М. Михайлюк

«28» апреля 2026 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Дифрактометры рентгеновские автоматические
Роболант**

**Методика поверки
МП ДИ25-24-2025**

Москва
2026

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на дифрактометры рентгеновские автоматические Роболант (далее – дифрактометры), выпускаемые в модификациях Роболант КО и Роболант НО, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

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

1.3 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические требования к средству измерений

Наименование характеристики	Значение	
	Роболант НО	Роболант КО
Диапазон измерений углов дифракции 2θ	от 5° до 140°	от 5° до 140°
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ	$\pm 0,02^\circ$	$\pm 0,02^\circ$
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ , не более	$0,01^\circ$	$0,01^\circ$
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов, %, не более	2	2
Энергетическое разрешение энергодисперсионного спектрометра на линии $K\alpha$ марганца, эВ, не более	-	150

1.4 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.

1.5 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 2.

Таблица 2 - Операции, выполняемые при проведении поверки

Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1	2	3	4
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

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия дифрактометра метрологическим требованиям	10	Да	Да
5 Оформление результатов поверки	11	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 3.

Таблица 3 – 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.8	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +15 °С до +30 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ °С. Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %.	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
п.п. 10.1-10.3	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)
п.10.4	Стандартный образец с массовой долей марганца не менее 95 %.	СО марганца металлического типа Mn95 (ИСО Ф5/1) ГСО 12665-2024

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 3.

4 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии», утвержденные приказом Минэнерго России от 12 августа 2022 г. № 811.

4.2 Должны соблюдаться «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» СП 2.6.1.2612-10 (ОСПОРБ 99/2010), «Нормы радиационной безопасности» НРБ-99/2009.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению измерений для поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя для данного вида измерений;

- знающие основы рентгеновской дифрактометрии;
- изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации (далее – РЭ) поверяемого дифрактометра.

6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +18 до +28
- относительная влажность воздуха, %от 10 до 80

7 Внешний осмотр дифрактометра

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида дифрактометра сведениям, приведенным в описании типа;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- надёжность крепления соединительных элементов;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики дифрактометра;
- наличие на дифрактометре заводского номера, года изготовления и товарного знака фирмы-изготовителя;
- 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 Подготовка дифрактометра к работе провести в соответствии с РЭ.

8.2 Убедиться в соответствии условий проведения поверки требованиям п.6 методики поверки.

8.3 Перед проведением поверки дифрактометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 60 минут.

8.4 В соответствии с РЭ провести юстировку всех рентгенооптических компонентов, детектора.

8.5 Убедиться в возможности сканирования по углу 2θ в диапазоне от 5° до 140° .

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 РЭ;
- открыть меню “Помощь”, активировать подменю “О программе”;
- считать наименование ПО и номер версии ПО.

Дифрактометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО дифрактометра соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	PowDixCon	XRDSerVerFP
Идентификационное наименование ПО	не ниже 0.9.6.16	не ниже 0.5.5
Номер версии (идентификационный номер) ПО	—	—
Цифровой идентификатор ПО	—	—

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия дифрактометра метрологическим требованиям

10.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ

10.1.1 На столик образцов гониометра установить в специальный держатель, в соответствии с РЭ, стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 10475-2014.

10.1.2 Установить следующую конфигурацию дифрактометра:

- тип щели: моторизованная щель для метода Брегга-Брентано (185 мм);
- первичные щели Соллера: 2,5 град;
- монохроматор дифрагированного пучка.

10.1.3 Установить параметры:

- напряжение и ток рентгеновской трубки.....30 кВ; 10 мА
- оси сканирования.....2 Theta/ Theta
- щель расхождения падающего пучка.....1 мм
- щель высоты падающего пучка.....8 мм

10.1.4 Произвести в автоматическом режиме операцию юстировки образца по высоте.

10.1.5 В режиме сканирования $\theta/2\theta$ просканировать весь диапазон: от 5° до 140° по углу 2θ . Сканировать с апертурой детектора в 256 пиксель (для минимизации оптических aberrаций) со скоростью $0,1^\circ/\text{с}$ по углу θ .

После окончания сканирования на экране отображается полученная дифрактограмма с сообщением об успешном завершении сканирования «Scanning completed successfully» и автоматически будет закрыта шторка излучателя. Результаты сканирования автоматически сохраняются в файл на ПК. Установить наличие отличного от нуля сигнала дифракции во всем диапазоне сканирования.

10.1.6 В соответствии с РЭ определить угловые положения максимумов рефлексов по углу 2θ для индексов отражения (012), (104), (116), (0.2.10), (1.3.10).

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

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

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

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 $2\theta(hkl)_{\text{пасп}}$ углового положения пика 2θ				
	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°	-	-	-

10.1.9 Определить абсолютную погрешность (по модулю) измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ по формуле:

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

10.2 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ

10.2.1 На основании данных, полученных по п. 10.1.7, определить угловое положение в градусах максимума рефлекса для индекса отражения (104).

10.2.2 Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых позиций дифракционных максимумов по углу 2θ по формуле:

$$CKO = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [(2\theta)_i - (2\theta)_{cp}]^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где $(2\theta)_{cp}$ – среднее значение углового положения пика дифракционного отражения;
 $(2\theta)_i$ – значение углового положения пика по результатам измерения с номером i .

10.3 Определение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов

10.3.1 На основании данных, полученных по п. 10.1.7, определить для каждого измерения с номером i значения интенсивностей $I_{(012)i}$ и $I_{(104)i}$ в максимумах линий дифракционного отражения, соответствующих индексам отражения (012) и (104) соответственно. Определить относительную интенсивность K_i дифракционных максимумов по формуле

$$K_i = \frac{I_{(012)}}{I_{(104)}}. \quad (4)$$

10.3.2 Определить среднеквадратичное отклонение случайной составляющей погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов по формуле:

$$S = 100\% \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (K_i - \bar{K})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

где $\bar{K} = \frac{\sum_{i=1}^n K_i}{n}$

10.4 Определение энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра (для модификации Роболант КО)

10.4.1 Установить в держатель образцов стандартный образец марганца металлического ГСО 12665-2024.

10.4.2 Установить следующие параметры:

- время обработки – максимальное значение;
- время накопления 30 с.

10.4.3 Зарегистрировать рентгеновский спектр. На полученном рентгеновском спектре определить интенсивность в максимуме $I_{\max}$ линии $K\alpha$ марганца, а также среднее значение фона I_{ϕ} .

10.4.4 Определить точки E_1 и E_2 по оси энергии рентгеновского спектра по обе стороны от максимума линии $K\alpha$ марганца ($E_1 < E_2$), соответствующие интенсивности линии $K\alpha$ марганца на полувысоте, то есть для значения интенсивности счета

$$I_{1/2} = I_{\phi} + (I_{\max} - I_{\phi}) / 2. \quad (6)$$

10.4.5 Энергетическое разрешение энергодисперсионного спектрометра на линии К α марганца ΔE_{Mn} , эВ, вычислить по формуле:

$$\Delta E_{Mn} = E_2 - E_1, \quad (7)$$

где значения E_1 и E_2 определяют по п.10.4.4 и выражают в эВ.

10.5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.5.1 Результаты проверки диапазона измерений и определения абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ считать положительными, если выполнены требования п.10.1.5 и значение $\Delta(2\theta)$, определенное по формуле (2), удовлетворяет условию $\Delta(2\theta) \leq 0,02^\circ$.

При этом диапазоном измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ следует считать диапазон от 5° до 140° , а пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ составляют $\pm 0,02^\circ$.

10.5.2 Результаты определения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ считать положительными, если для значения СКО, определенного по формуле (3), выполнено требование:

$$СКО \leq 0,01^\circ.$$

10.5.3 Результаты определения среднеквадратичного отклонения случайной составляющей (СКО) погрешности измерений относительных интенсивностей дифракционных максимумов считать положительными, если для значения S , определенного по формуле (5), выполнено требование:

$$S \leq 2 \, \%.$$

10.5.4 Результаты определения энергетического разрешения энергодисперсионного спектрометра считать положительными, если для значения ΔE_{Mn} , определенного по формуле (7), выполнено условие:

$$\Delta E_{Mn} \leq 150 \, \text{эВ}.$$

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, в котором указывают результаты измерений по п.п.10.1-10.4 и выводы о соответствии метрологическим требованиям по п.10.5 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 нормативных актов федеральных органов исполнительной власти. Знак поверки наносится в виде наклейки или оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке дифрактометра.

11.3 При отрицательных результатах поверки дифрактометр запрещают к применению и выдают извещение о непригодности по установленной форме.

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

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



В.Б. Митюхляев