

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

Генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Константин Владимирович 2026 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Дифрактометры рентгеновские
роботизированные Пеликан

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2650-2026

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ А.В. Колобова

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2026 г.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Настоящая методика поверки распространяется на дифрактометры рентгеновские роботизированные Пеликан (далее – дифрактометры) и устанавливает методы и средства их поверки.

1.2. Настоящей методикой поверки обеспечивается прослеживаемость поверяемых дифрактометров к Государственному первичному эталону единицы длины - метра ГЭТ 2-2021 посредством использования стандартных образцов дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) ГСО 11420-2019 (SRM 1976с), ГСО 10440-2014 (SRM-1976b), ГСО 10475-2014 (SRM-1976b), ГСО 9464-2009(SRM-1976a), изготовленных Национальным Институтом стандартов и технологий (NIST), США, прослеживаемых к единице международной системы единиц СИ (метр).

1.3. Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым СИ величины, воспроизводимой стандартным образцом.

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

Таблица 1 – Метрологические требования к дифрактометрам

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений углов дифракции 2θ	от $+120^\circ$ до $+160^\circ$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ	$\pm 0,05^\circ$
Среднеквадратичное отклонение (СКО) случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ , не более	0,02°
Относительное среднеквадратичное отклонение (ОСКО) случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий, %, не более	3

Примечания:

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой поверки следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки	Обязательность выполнения операций поверки при	
		первичной поверке	периодической поверке
1	2	3	4
Внешний осмотр	7	да	да
Контроль условий поверки	8.3	да	да
Опробование	8.4	да	да
Проверка программного обеспечения	9	да	да

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10	да	да

2.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +17 до +28;
(при допуске колебаний температуры за время поверки не более, чем на ± 2 °С)
- относительная влажность воздуха, %, не более 75

4. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1. Поверка дифрактометров должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации дифрактометров, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 3.
Таблица 3 - Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Подготовка к поверке и опробование. п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия) с аттестованными значениями параметров кристаллической решетки а и с: расширенная неопределенность при $R=0,95$ ($k=2$) не должна превышать 0,00001 нм для параметра а, не должна превышать 0,00005 нм для параметра с	Стандартные образцы дифракционных свойств кристаллической решетки (оксид алюминия): ГСО 10440-2014, (SRM 1976b), ГСО 10475-2014 (SRM-1976b), ГСО 11420-2019 (SRM 1976с), ГСО 9464-2009 (SRM-1976a)

Продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений не уже чем от +15 °С до +30 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 85 % с основной абсолютной погрешностью не более $\pm 3,0$ %	Прибор комбинированный Testo 622 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13)
Примечания: 1) Стандартные образцы (СО) и средства измерений (СИ), применяемые для поверки дифрактометров, должны быть утвержденного типа, СИ на момент использования должны быть поверены (сведения о результатах поверки должны быть включены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений), СО должны иметь действующие паспорта. 2) Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, и стандартные образцы утвержденного типа, обеспечивающие определение метрологических характеристик средства измерений с требуемой точностью.		

6. ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1. Требования безопасности должны соответствовать правилам и нормам, изложенным в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ) дифрактометров.

6.2. При проведении операций поверки следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида дифрактометра описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей дифрактометр;
- отсутствие на наружных поверхностях дифрактометра повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.2. В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки, они должны быть устранены до начала поверки.

8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовку дифрактометра к поверке, включение соединительных устройств, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации дифрактометров и руководстве оператора программного комплекса DifraVision дифрактометра.

8.2. Если дифрактометр и средства поверки до начала измерений находились в климатических условиях, отличающихся от указанных в пункте «Требования к условиям проведения поверки»

настоящей МП, то их следует выдержать при этих условиях не менее часа или времени, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый дифрактометр и средства поверки.

8.3. При подготовке к поверке проверить выполнение условий пунктов 3, 4, 5, 6 настоящей методики поверки и занести в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающей среды, относительная влажность воздуха).

8.4. Опробование дифрактометра заключается в его включении в соответствии с РЭ и руководством оператора программного комплекса DifraVision дифрактометра. Результаты опробования считаются положительными, если на мониторе ПК после загрузки программного обеспечения (далее - ПО) не появляется сообщений об ошибках.

9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. В ПО DifraVision выполнить следующую последовательность команд:

Главное окно ⇒ Меню ⇒ Информация ⇒ О программе.

В открывшемся окне будет приведено идентификационное наименование ПО и его версия. Пример окна идентификации ПО приведен на рисунке 1.

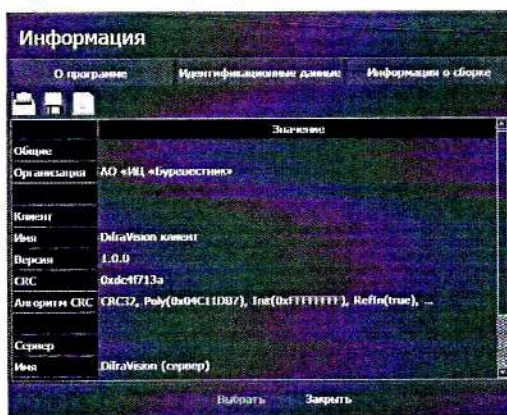


Рисунок 1 - Окно с идентификационным наименованием и версией ПО DifraVision

9.2. Дифрактометр считается выдержавшим поверку по п. 9, если идентификационное наименование ПО и его версия соответствуют сведениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	DifraVision
Номер версии (идентификационный номер) ПО:	1.x.x ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО: DifraVision сервер DifraVision клиент	0x4aa87cf2 ²⁾ 0xdc4f713a ²⁾
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	CRC32

¹⁾ Номер версии записывается в виде метрологически значимой (неизменяемой) части ПО, указанной в виде цифрового обозначения в начале номера версии, и последующим рядом цифр, принимающих значения от 0 до 9, которые описывают модификации ПО (обозначенных буквами «X»).

²⁾ для версии 1.0.0.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

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

10.1.1. Проверка диапазона измерений углов дифракции 2θ осуществляется путем записи дифрактограммы стандартного образца дифракционных свойств кристаллической решетки в диапазоне углов от $+120^\circ$ до $+160^\circ$.

10.1.2. На горизонтальную площадку штатива установить стандартный образец дифракционных свойств кристаллической решетки. На коллиматор дифракционного узла установить наконечник с диаметром отверстия 1 мм. Коллиматор вывести вручную при помощи выносного пульта робота так, чтобы он был перпендикулярным плоскости образца, его выходное отверстие находилось на расстоянии около 15 мм от поверхности образца, а пятно от датчика находилось в центре образца. Для этого координаты осей A1, A4 и A6 на пульте робота должны иметь значения, близкие к нулю, а сумма координат A2, A3 и A5 должна составлять 90° .

10.1.3. После этого в панели Er35 раздела «Управление» определить фактическое расстояние до поверхности образца (в мм) при помощи лазерного датчика, которое должно соответствовать радиусу гониометра, указанному в паспорте дифрактометра. Для этого нажать кнопку «Дальномер», после чего в двух окнах справа показываются текущее значение и отклонение от радиуса гониометра, которое устраняется путем нескольких нажатий на кнопку «Движ», расположенную справа, до тех пор, пока это отклонение не окажется равным 0,002 мм. Сохранить координаты робота, нажав на кнопку **>>** (рисунок 2).

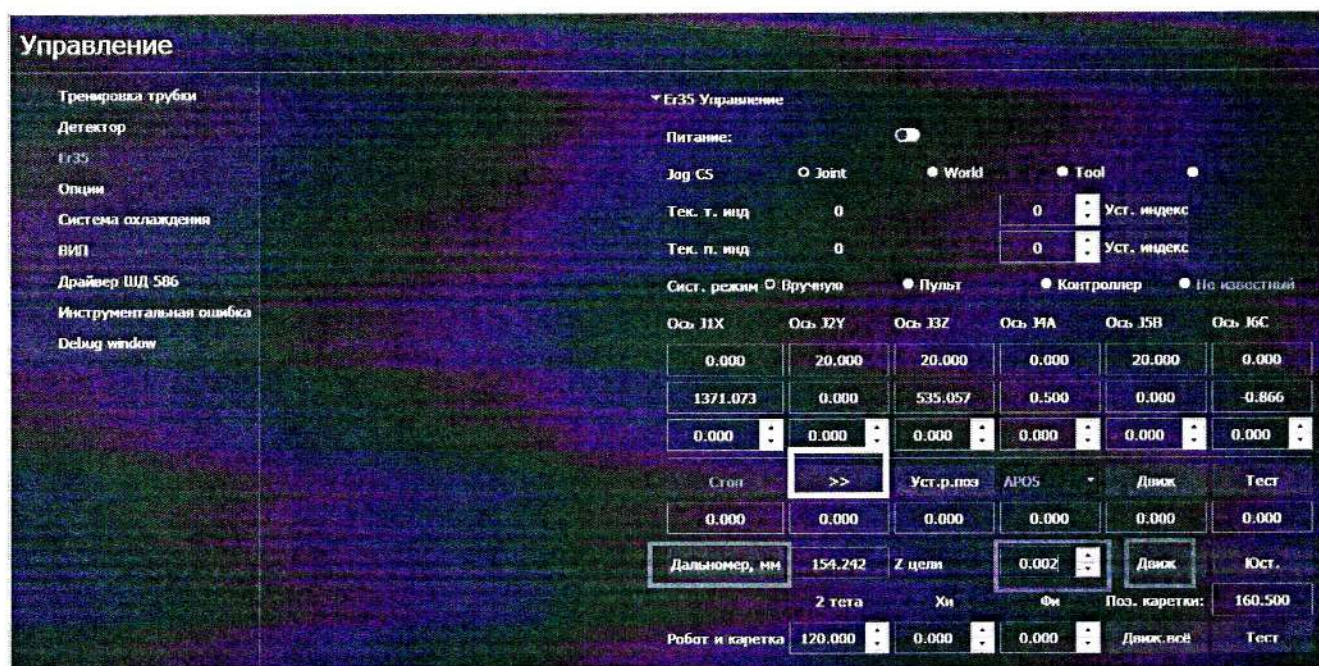


Рисунок 2 – Общий вид окна Er35 раздела «Управление» программы DifraVision

10.1.4. Закрыть обе двери защитного кабинета, убедиться, что освещение внутри кабинета погасло, а статус дверей обозначен в панели «Опции» раздела «Управление» как «Закрыто» и подсвечен зеленым цветом. Установить режим измерений 20 кВ, 10 мА.

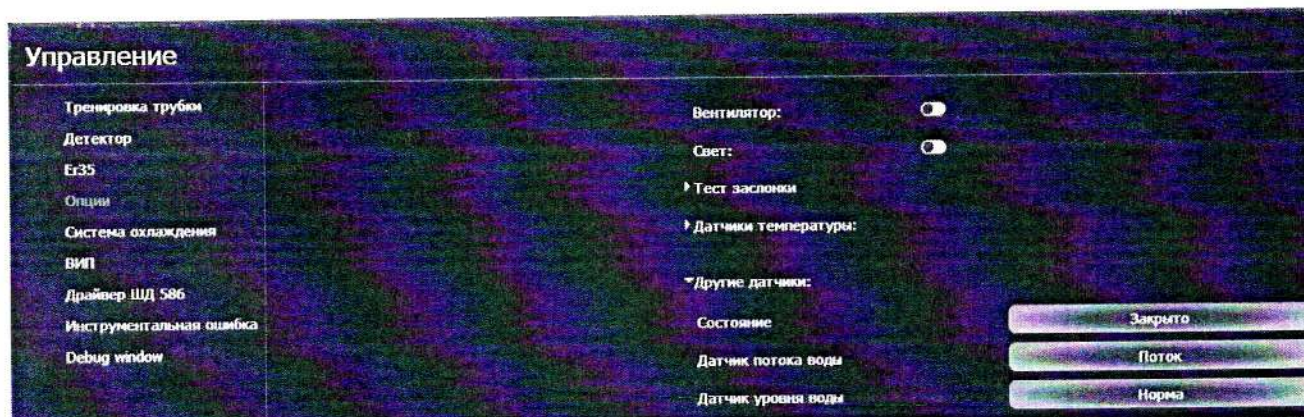


Рисунок 3 - Общий вид окна «Опции» раздела «Управление» программы DifraVision

10.1.5. Задать параметры измерений в методе 2 Тета, используя команды «Меню эксперимента» $\Rightarrow$ «Новый эксперимент» $\Rightarrow$ «+» $\Rightarrow$ «2 Тета» $\Rightarrow$ «Параметры». Ввести параметры измерений: диапазон углов от 120° до 160° , шаг $0,1^\circ$ и экспозиция 1 с. Нажать кнопку «Старт». По измеренной дифрактограмме определить угловые положения четырех дифракционных максимумов для отражений, указанных в таблице 5. Положение максимума определяется по средней линии пика в верхней трети его высоты.

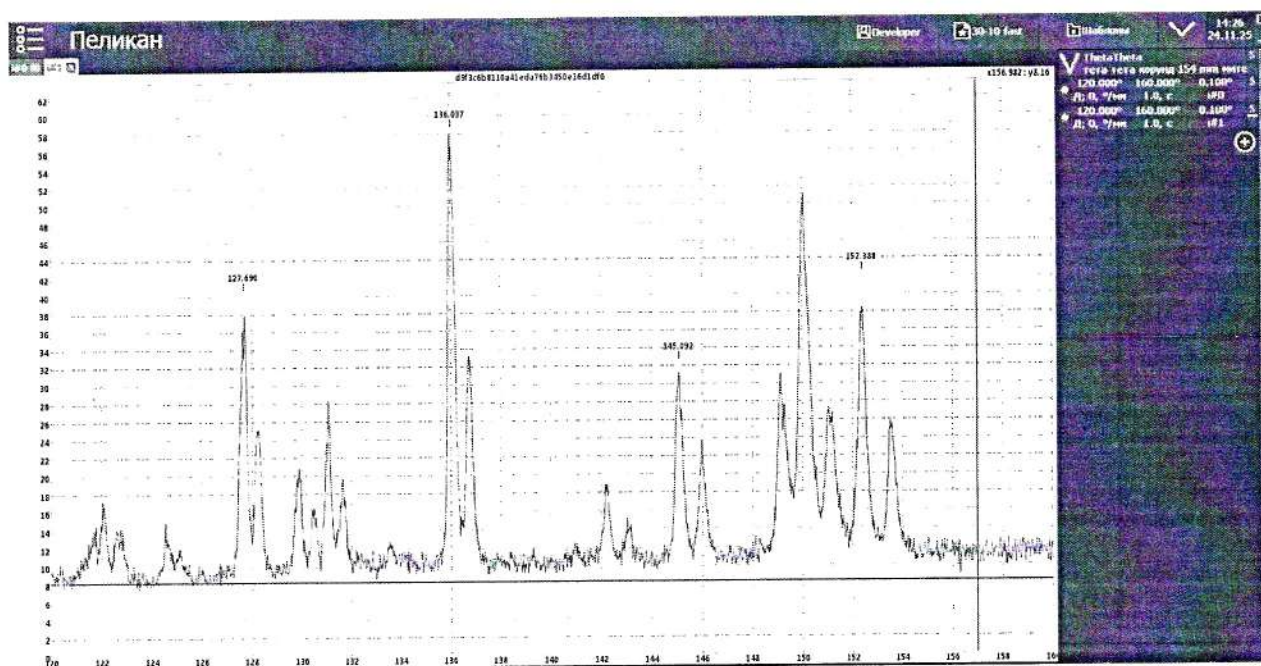


Рисунок 4 – Общий вид окна программы измерений в режиме 2 Тета

Таблица 5 – Угловое положение дифракционных максимумов 2θ

№п/п	Материал анода	Длина волны ($\lambda_{\text{CuK}\alpha 1}$), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума ¹⁾
			h	k	l	
1	Медь (Cu)	0,15406	1	3	10	127,670°
2			1	4	6	136,066°
3			4	0	10	145,154°
4			3	3	0	152,406°

¹⁾ Используются сведения, приведенные в паспорте на стандартный образец (при их наличии в паспорте). В том случае, если в паспорте на стандартный образец приведены только значения параметров кристаллической решетки (a) и (c), угловое положение дифракционного максимума вычисляется в соответствии указаниями, приведенными в приложении А к настоящей методике поверки.

10.1.6 Используя полученные данные, вычисляют значение абсолютной погрешности при измерении угловых положений дифракционных максимумов по формуле:

$$\Delta_i = 2\theta_{i(\text{изм})} - 2\theta_{\text{задан}} \quad (1)$$

где: $2\theta_{i(\text{изм})}$ – измеренное значение угла;

$2\theta_{\text{задан}}$ – действительное (расчетное) значение угла (см. табл. 5).

10.2. Определение среднеквадратичного отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ и относительного среднеквадратичного отклонения (ОСКО) случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий

10.2.1. Провести 10 измерений дифракционного максимума 146 в области углов 134°-138° с шагом 0,2° и экспозицией 3 с.

В интерфейсе программы DifraVision выделяют все измерения и переходят в окно расчета СКО, используя программную опцию «Расчет погрешности измерений» (рисунок 5), в котором происходит автоматическая обработка данных и расчет СКО случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по формуле (2), а ОСКО случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности считают по формуле (3).

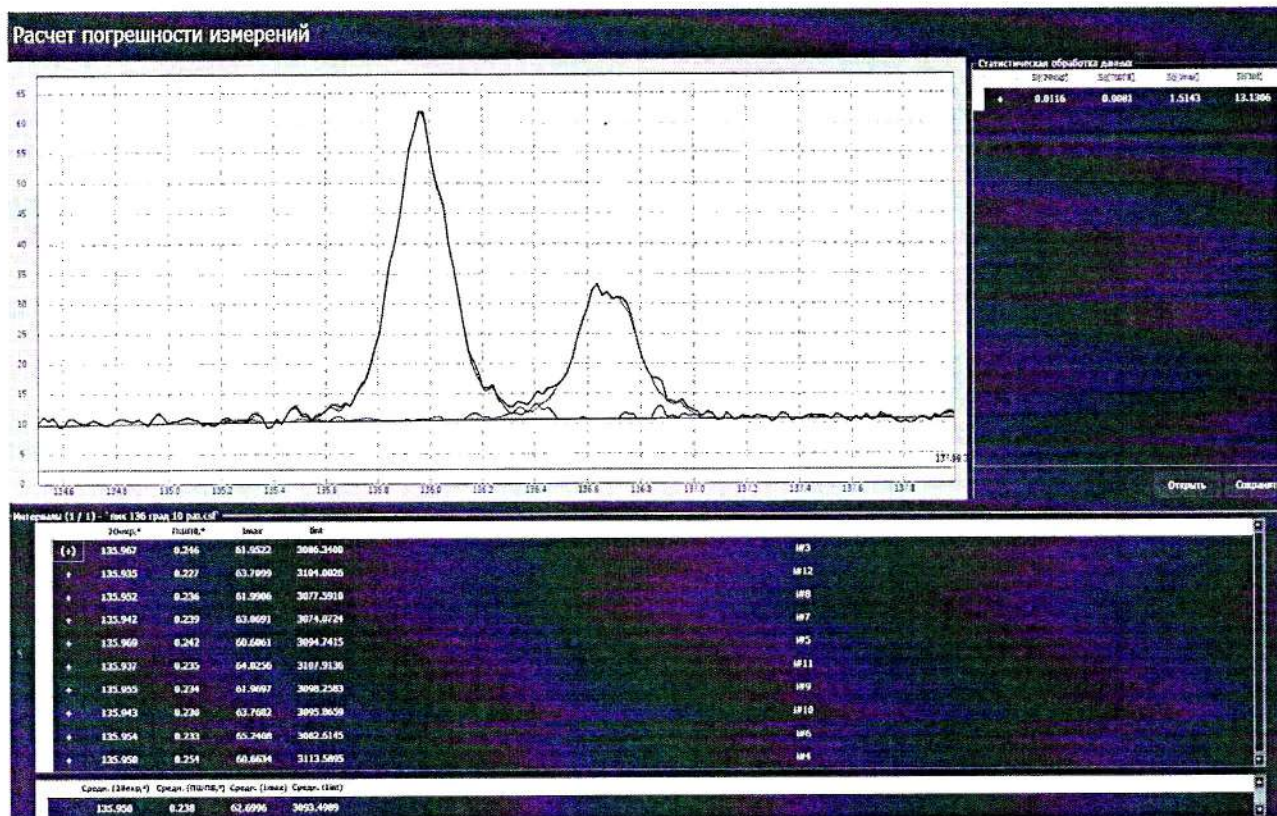


Рисунок 5 – Общий вид окна программы «Расчет погрешностей измерений»

- СКО случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ :

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (2\theta_{\text{изм}} - 2\theta_{\text{средн}})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где: $2\theta_{\text{изм}}$ - измеренное значение угла;

$2\theta_{\text{средн}}$ - среднее арифметическое значение угла 2θ для 10 измерений;

- ОСКО случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий, выраженное в процентах:

$$S = \frac{100}{I_{\text{средн}}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - I_{\text{средн}})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где: I_i - i -е измеренное значение интенсивности отражения;

$I_{\text{средн}}$ - среднее значение для 10 измерений;

n - число измерений.

10.3. Дифрактометр считается соответствующим метрологическим требованиям, указанным в таблице 1, если диапазон измерений углов дифракции 2θ не уже чем от $+120^\circ$ до $+160^\circ$, абсолютная погрешность измерения угловых положений дифракционных максимумов во всем угловом диапазоне не превышает $\pm 0,05^\circ$, СКО случайной составляющей погрешности измерений угловых положений дифракционных максимумов по углу 2θ не превышает $0,02^\circ$, а ОСКО случайной составляющей погрешности измерений пиковой интенсивности дифракционных линий не превышает 3 %.

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

11.2. Сведения о результатах поверки СИ передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений.

11.3. При положительных результатах поверки дифрактометр признается годным к применению, по заявлению владельца или лица, представившего дифрактометр на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие дифрактометра метрологическим требованиям к средству измерений. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в случае его оформления и (или) в паспорт.

11.4. Нанесение знака поверки на дифрактометр не предусмотрено.

11.5. При отрицательных результатах поверки дифрактометр к применению не допускают, по заявлению владельца или лица, представившего дифрактометр на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Приложение А

(обязательное)

Расчет углового положения дифракционного максимума

Общая формула для вычисления межплоскостного расстояния (для кристаллов любой сингонии) по известным параметрам элементарной ячейки и индексам Миллера (Шаскольская М.П. Кристаллография Изд. 3, 2025. 384 с.)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{1}{\omega^2} \left(\frac{h^2}{(a/\sin \alpha)^2} + \frac{k^2}{(b/\sin \beta)^2} + \frac{l^2}{(c/\sin \gamma)^2} + \right. \\ \left. + \frac{2hk}{ab} (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) + \frac{2hl}{ac} (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) + \right. \\ \left. + \frac{2kl}{bc} (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) \right),$$

где

$$\omega = \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}.$$

Для кристаллов гексагональной сингонии, к которой относится материал ГСО (альфа-корунд), эта формула вырождается в более простую:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

Угол дифракции 2θ далее рассчитывается из полученного значения межплоскостного расстояния d по формуле Брэгга-Вульфа:

$$\sin \theta = n\lambda / 2d$$

Для ГСО 10440-2014 (SRM-1976b), ГСО 10475-2014 (SRM-1976b)

Параметр кристаллической решетки	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение
а	нм	0,4759137
с		1,299337

Рассчитанные угловые положения дифракционных максимумов 2θ составляют:

№п/п	Материал анода	Длина волны ($\lambda_{\text{CuK}\alpha 1}$), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума
			h	k	l	
1	Медь (Cu)	0,15406	1	3	10	127,670°
2			1	4	6	136,065°
3			4	0	10	145,154°
4			3	3	0	152,404°

Для ГСО 9464-2009(SRM-1976a)

Параметр кристаллической решетки	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение
a	нм	0,4758877
c		1,2992877

Рассчитанные угловые положения дифракционных максимумов 2θ составляют:

№п/п	Материал анода	Длина волны ($\lambda_{\text{CuK}\alpha 1}$), нм	Индексы Миллера			Угловое положение дифракционного максимума
			h	k	l	
1	Медь (Cu)	0,15406	1	3	10	127,681°
2			1	4	6	136,079°
3			4	0	10	145,171°
4			3	3	0	152,429°