



中华人民共和国工业和信息化部

有色金属计量技术规范

JJF（有色金属）××××—20××

有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪
校准规范

Calibration Specification for X-Ray Diffractometers of multidimensional detector for
non-ferrous metal

（征求意见稿）

××××—××—××发布

××××—××—××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范

Calibration Specification for X-Ray

Diffractometers of multidimensional detector

for non-ferrous metal

JJF(有色金属) ××××—20××

归口单位：中国有色金属协会

主要起草单位：广东省科学院工业分析检测中心

参加起草单位：国标（北京）检验认证有限公司

广州阳瑞仪器科技有限公司

广州计量检测技术研究院

西安汉唐分析检测有限公司

广东省科学院材料与加工研究所

本规范委托×××××技术委员会进行解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

目 录

引 言	II
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 概述	3
4 计量特性	3
4.1 采用一维探测器的 X 射线衍射仪	3
4.2 采用二维探测器的 X 射线衍射仪	4
5 校准条件	4
5.1 环境条件	4
5.2 标准物质及测量器具	4
6 校准项目和校准方法	4
6.1 校准项目	4
6.2 校准方法	5
7 校准结果表达	7
8 复校时间间隔	8
附录 A 校准原始记录参考格式	9
附录 B 校准证书内页参考格式	10
附录 C 多维探测器 X 射线衍射仪校准结果测量不确定度评定示例	12

引 言

本规范依据国家计量技术规范 JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》编制。

本规范参考了 JJG 629—2014《多晶 X 射线衍射仪检定规程》等相关技术文件。

本规范为首次发布。

有色金属材料用多维探测器X射线衍射仪校准规范

1 范围

本规范适用于有色金属材料用配备一维或二维探测器的X射线衍射仪的校准。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

JB/T 9400 X射线衍射仪 技术条件

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

X射线衍射仪是利用已知的特征X射线对样品进行扫描，将采集到的晶体学相关数据与国际通用的标准数据比较，再加以计算从而获得一系列晶体结构信息，主要用于物相的定性、定量分析，以及晶格常数、材料残余内应力、织构等与晶体结构有关的数据的测定。X射线衍射仪主要依靠X射线探测器采集数据，探测器主要包括零维闪烁计数器和正比计数器、一维线阵探测器、二维阵列探测器等。

4 计量特性

4.1 采用一维探测器的 X 射线衍射仪

4.1.1 仪器 2θ 角示值误差

采用硅标样时，要求对标样低角区（ 60° 及以下）的 2θ 角测量示值误差不大于 0.03° ，高角区（ 60° 以上）的 2θ 角测量示值误差不大于 0.02° 。

4.1.2 仪器 2θ 角重复性

采用硅标样时，要求 2θ 角标准偏差不大于 0.002° 。

4.1.3 仪器分辨力

采用硅标样时，要求仪器分辨力不大于 60%。

4.1.4 衍射强度稳定度

采用硅标样时，要求衍射强度稳定度不大于 1.5%。

4.1.5 能量分辨率

采用硅标样时, 要求能量分辨率不高于1200eV。

4.2 采用二维探测器的X射线衍射仪

4.2.1 仪器 2θ 角示值误差

采用硅标样时, 要求对标样低角区 (60° 及以下) 的 2θ 角测量示值误差不大于 0.03° , 高角区 (60° 以上) 的 2θ 角测量示值误差不大于 0.02° 。

4.2.2 仪器 2θ 角重复性

采用硅标样时, 要求 2θ 角标准偏差不大于 0.002° 。

4.2.3 仪器分辨力

采用硅标样时, 要求仪器分辨力不大于 60%。

4.2.4 衍射强度稳定度

采用硅标样时, 要求衍射强度稳定度不大于 1.5%。

4.2.5 能量分辨率

采用硅标样时, 要求能量分辨率不高于1200eV。

4.2.6 散射效应

采用硅标样时, 要求 2θ 半高宽增宽不大于 0.06° 。

注: 以上计量特性要求仅供参考, 不作为判定依据。

5 校准条件

5.1 环境条件

- a) 环境温度: ($15\sim 25$) $^\circ\text{C}$;
- b) 相对湿度: 不大于 70%;
- c) 周围环境清洁, 无振动。

5.2 标准物质及测量器具

5.2.1 X 射线衍射粉末标准物质, 采用 Nist 标准 Si 粉。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

校准项目见表1。

表 1 多维探测器 X 射线衍射仪校准项目表

序号	校准项目	一维探测器X射线衍射仪	二维探测器X射线衍射仪
1	外观及通用要求	+	+
2	仪器 2θ 角示值误差	+	+
3	仪器 2θ 角重复性	+	+
4	仪器分辨力	+	+
5	衍射强度稳定度	+	+
6	能量分辨率	+	+
7	散射效应	-	+

注：表格中“+”表示需校准项目，“-”表示不需校准项目。

6.2 校准方法

6.2.1 外观及通用要求

6.2.1.1 仪器上应标有名称、型号、出厂编号、制造厂名。

6.2.1.2 使用中的仪器及附件应紧固良好；运动部位应运动灵活、平稳；仪器内外各种管路接口应可靠密封；微机输入指令时，各功能正常。

6.2.1.3 其它技术条件应符合 JB/T 9400 的要求。

6.2.2 仪器 2θ 角示值误差

6.2.2.1 光路调整，仪器在初装时和改变附件后，需对光路进行调整，可采用仪器自带软件调整光路；零位校准，即对 θ 、 2θ 角的零位偏差进行测量，用所测偏差值修正零位，可采用仪器自带软件校准。

6.2.2.2 探测器设置为“零维模式”，采用硅标样进行实验；设置测试条件，宜采用 CuK α 辐射和 Ni 滤波片，发散狭缝和散射狭缝为 1° ，接收狭缝 0.1mm~0.3mm；采用连续扫描方式，扫描范围为 $20^\circ \sim 140^\circ$ ，扫描速度不大于 $2^\circ/\text{min}$ ，步进不大于 0.02° ，测量衍射数据 5 次并记录。

6.2.2.3 用积分法计算硅标样的 11 条衍射峰峰位，与标准衍射数据对比，计算出每条衍射峰的 2θ 角偏差；分别取 2θ 低角区（ 60° 及以下）和 2θ 高角区（ 60° 以上）的最大角偏差值作为校准结果。

6.2.3 仪器 2θ 角重复性

6.2.3.1 按 6.2.2.1 步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.3.2 参照 6.2.2.2 的测试条件,对硅标样(111)晶面的 2θ 角进行连续扫描(采用 Cu 靶时扫描范围为 $27.5^\circ \sim 29.5^\circ$),测量衍射数据 10 次并记录。

6.2.3.3 根据公式(1)计算标准偏差,以标准偏差 $S(2\theta)$ 作为校准结果。

$$s(2\theta) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (2\theta_i - \bar{2\theta})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$S(2\theta)$ —— 2θ 角单次测量值的标准偏差,°;

$2\theta_i$ —— 2θ 角的单次测量值,°;

$\bar{2\theta}$ —— 2θ 角的平均测量值,°;

n ——测量次数。

6.2.4 仪器分辨力

6.2.4.1 按 6.2.2.1 步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.4.2 参照 6.2.2.2 的测试条件,将探测器设置为“一维模式”或“二维模式”,对硅标样(111)晶面的 2θ 角进行连续扫描(采用 Cu 靶时扫描范围为 $27.5^\circ \sim 29.5^\circ$),测量衍射数据 5 次并记录。

6.2.4.3 根据公式(2)计算仪器分辨力。

$$D = \frac{h}{H} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

D ——仪器分辨力,%;

h ——(111)晶面 $K\alpha_1$ 衍射峰和(111)晶面 $K\alpha_2$ 衍射峰之间峰谷对应的衍射强度;

H ——(111)晶面 $K\alpha_2$ 衍射峰峰顶对应的衍射强度。

6.2.5 衍射强度稳定度

6.2.5.1 按 6.2.2.1 步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.5.2 按 6.2.2.2 的测试条件,发散狭缝 2° , 散射狭缝 4° , 接收狭缝 0.3mm 以上,扫描速度不大于 $0.5^\circ/\text{min}$, 步进不大于 0.01° , 将探测器设置为“一维模式”或“二维模式”,对硅标样的(111)、(422)、(533)晶面的 2θ 角进行连续扫描,分别测量衍射数据 10 次并记录。

6.2.5.3 用积分法计算每条衍射峰的积分强度,根据公式(4)分别计算各衍射峰的相对极差,取(111)、(422)、(533)的相对极差最大值为仪器的衍射强度稳定度。

$$R = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{\bar{I}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

R —— 衍射强度的相对极差;

I_{max} —— 衍射强度的最大值;

I_{min} —— 衍射强度的最小值;

\bar{I} —— 衍射强度的平均值。

6.2.6 能量分辨率

6.2.6.1 采用硅标样进行实验, 一维或二维探测器应设置为“一维模式”或“二维模式”。

6.2.6.2 使用仪器自带软件计算能量分辨率。

6.2.7 散射效应

6.2.7.1 按 6.2.2.1 步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.7.2 按 6.2.2.2 的测试条件, 扫描速度不大于 $0.5^\circ/\text{min}$, 步进不大于 0.01° , 对硅标样的 (111)、(422)、(533) 晶面的 2θ 角进行连续扫描, 在二维探测器的“零维模式”和“二维模式”下各测量衍射数据 5 次并记录。

6.2.7.3 用积分法计算每条衍射峰的半高宽, 计算 (111)、(422)、(533) 晶面衍射峰在“零维模式”和“二维模式”下半高宽的差值, 取 (111)、(422)、(533) 半高宽加宽最大值为本仪器的散射效应校准结果。

7 校准结果表达

校准结果应在校准证书(报告)上反映, 校准证书(报告)应至少包括以下信息:

- a) 标题: “校准证书”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点(如果与实验室的地址不同);
- d) 证书或报告的唯一性标识(如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 客户的名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期, 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;

- k) 校准环境的描述;
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- m) 对校准规范偏离的说明;
- n) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期;
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书或报告的声明。

8 复校时间间隔

仪器复校时间间隔建议为 2 年, 如果仪器经维修、更换重要部件或对仪器性能有怀疑时, 应随时校准。由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的, 因此, 送校单位也可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

校准原始记录参考格式

多维探测器 X 射线衍射仪校准原始记录

委托方_____ 校准日期_____

原始记录编号_____ 证书编号_____

仪器名称_____ 型号规格_____ 探测器类型_____

仪器编号_____ 制造厂_____ 校准地点_____

环境温度_____℃ 相对湿度_____% 其他_____

依据_____

主要计量器具	名称	型号规格	精度等级	编号	有效期至			
					年	月 日		
					年	月 日		
外观:								
计量项目	技术要求	测量值					校准结果	不确定度
		1	2	3	4	5		
仪器 2θ 角示值误差	低角区不大于 0.03°							
	高角区不大于 0.02°							
仪器 2θ 角重复性	不大于 0.002°							
仪器分辨力	不大于 60%							
衍射强度稳定度	不大于 1.5%							
能量分辨率	不高于 1200eV							
散射效应	不大于 0.06°							

校准员:

核验员:

附录 B

校准证书内页参考格式

证书编号××××××—××××

校准机构授权说明				
校准环境条件及地点：				
温度	℃	地点		
相对湿度	%	其他		
校准所依据的技术文件（代号、名称）： JJF（有色金属） XXXX—20XX 《有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范》				
校准所使用的主要测量标准：				
名称	测量范围	不确定度/ 准确度等级	校准证书编号	证书有效期至

第×页 共×页

校准结果

计量项目	技术要求	校准结果	备注
仪器 2 θ 角示值误差	低角区不大于 0.03°		
	高角区不大于 0.02°		
仪器 2 θ 角重复性	不大于 0.002°		
仪器分辨力	不大于 60%		
衍射强度稳定度	不大于 1.5%		
能量分辨率	不高于 1200eV		
散射效应	不大于 0.06°		
以下空白			

校准员：

核验员：

第×页 共×页

附录 C

多维探测器 X 射线衍射仪校准结果测量不确定度评定示例

C.1 概述

多维探测器 X 射线衍射仪的校准项目均为直接测量量, 采用标样及仪器自带软件直接测量, 取多次测量值的平均值作为测量结果。本附录以仪器 2θ 角示值误差作为示例, 对其进行测量不确定度评定。其他校准项目可参照本附录作类似评定。

C.2 测量依据

依据本规范 6.2.2, 对一维探测器 X 射线衍射仪, 采用 $\text{CuK}\alpha$ 辐射和 Ni 滤波片, 发散狭缝和散射狭缝为 1° , 接收狭缝 0.15mm; 对 Nist 标准硅粉 (111) 晶面进行测量, 采用连续扫描方式, 扫描范围为 $27.5^\circ \sim 29.5^\circ$, 扫描速度 $2^\circ/\text{min}$, 步进 0.01° 。

C.3 测量器具

X 射线衍射用 Nist 标准硅粉, 平均粒径约 $10\ \mu\text{m}$, 晶格常数不确定度不大于 0.00001nm , 其不确定度为 0.0001° 。

C.4 测量模型

仪器 2θ 角示值为直接测量, 采用衍射仪测角仪直接测量, 取 5 次测量值的平均值作为测量结果。其测量不确定度可用式 (C.1) 表示:

$$u_c(\delta 2\theta) = \sqrt{u^2(e_1) + u^2(e_2)} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

$u_c(\delta 2\theta)$ ——仪器 2θ 角示值的标准不确定度, $^\circ$;

$u(e_1)$ ——测量重复性引入的标准不确定度, $^\circ$;

$u(e_2)$ ——标准物质引入的标准不确定度, $^\circ$ 。

C.5 不确定度来源

C.5.1 标准硅粉 2θ 角测量重复性引入的标准不确定度 $u(e_1)$;

C.5.2 标准硅粉晶格常数不确定度引入的 2θ 角示值标准不确定度 $u(e_2)$ 。

C.6 标准不确定度评定

C.6.1 标准硅粉 2θ 角测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(\delta 2\theta_1)$ 。

测量结果的重复性引入的标准不确定度通过多次重复测量进行 A 类评定。在相同条件下, 对标准硅粉的 (111) 晶面 2θ 角重复测量 10 次, 测量数据见表 C.1。

表 C.1 标准硅粉 (111) 晶面 2θ 角示值重复测量数据

测量次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2θ (111) /°	28.441	28.442	28.441	28.441	28.441	28.441	28.441	28.442	28.442	28.441

按式 (C.2) 计算测量实验标准偏差。

$$s(2\theta_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (2\theta_i - \bar{2\theta})^2} \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

$2\theta_i$ ——第 i 次 2θ 测量值, °;

$\bar{2\theta}$ —— n 次测量的平均值, °;

n ——重复测量的次数。

根据表 C.1 的数据, 得到 2θ 角示值重复性测量实验的标准偏差为 0.00046° , 故测量重复性引入的标准不确定度为:

$$u_1(\delta 2\theta) = \frac{s(2\theta_i)}{\sqrt{m}} = \frac{0.00046}{\sqrt{5}} = 0.000205^\circ$$

C.6.2 标准硅粉晶格常数不确定度引入的 2θ 角示值标准不确定度 $u_2 (\delta 2\theta_s)$ 。

Si 标准物质 2θ 角偏差引入的标准不确定度按 B 类评定。根据 Nist 标准硅粉晶格常数不确定度 0.00001nm , 查表获得标准硅粉引入的标准不确定度 $u_2 (\delta 2\theta_s)$ 为 0.0001° 。

C.6 合成标准不确定度 $u_c (\delta 2\theta)$

按式 C.1 计算合成标准不确定度 $u_c (\delta 2\theta)$ 。

$$u_c(\delta 2\theta) = \sqrt{u_1^2(\delta 2\theta_1) + u_2^2(\delta 2\theta_s)} = 0.00023^\circ$$

C.7 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$, 其扩展不确定度为:

$$U_k (\delta 2\theta) = k \cdot u_c (\delta 2\theta) = 0.00046^\circ$$