

JJFZ（有色金属）003-2019《有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范》

行业计量技术规范编制说明

一、工作简况

1 任务来源

根据工业和信息化部《关于印发 2019 年行业计量技术规范制修订计划的通知》（工信厅科函〔2019〕142 号）文的要求，行业计量技术规范《有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范》由广东省科学院工业分析检测中心负责起草。该项目计划编号为 JJFZ（有色金属）003-2019。按计划要求，本技术规范应于 2021 年完成。

1.2 承担单位情况

广东省科学院工业分析检测中心始建于 1971 年，先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院（广州有色金属研究院），2015 年 12 月经广东省机构编制委员会批准成为广东省科学院属下的独立二级事业法人单位。是我国从事矿产品、金属材料、冶金产品、化工产品、再生资源质量检测 and 性能评价，欧盟环保（RoHS）指令的有害物质检测、金属材料综合利用检测以及分析测试技术研究与技术咨询的专业机构。中心现有高、中、初级专业技术和管理人员 100 余人，其中教授有 15 人，高级工程师 24 人，硕博士 20 人，具有中级职称以上科技人员占 80%。近十年来获得省部级科技进步奖 20 项。累计申请专利 19 件，其中授权发明专利 8 件、授权实用新型专利 2 件。承担国家、省级各类项目 50 余项，主持和参与国家、行业标准 200 余项，发表专著 5 部，发表论文 300 余篇。

国标（北京）检验认证有限公司（以下简称国标检验）于 2014 年 7 月由原北京有色金属研究总院测试技术研究所改制成立，系中央企业有研科技集团有限公司（原北京有色金属研究总院）下属国合通用测试评价认证股份公司的全资子公司。国标检验是中国有色金属行业测试评价技术开发的骨干单位和分析测试标准的主要起草单位之一。主要从事金属材料及产品、有色金属矿物的化学成分成分、组织结构分析、物理性能测试、力学性能测试、无损探伤检测、失效分析等测试评价服务，培训、咨询、认证等技术服务，以及分析仪器研制、标准物质生产等。先后承担国家科技重大专项、国际科技支撑计划、国家自然科学基金等国家级科研项目 41 项，获得省部级科技成果奖励 110 余项，拥有授权中国专利和国际专利 100 余项，制定国家和行业标准 381 项，研制国家标准物质/标准样品 162 个，在国内外期刊发表学术论文 800 多篇，撰写学术著作 23 部。

西安汉唐分析检测有限公司成立于 2018 年 8 月，是由西北有色金属研究院（集团）整

合其分析检测资源组建的具有独立法律地位的检验检测机构。公司具有雄厚的技术力量、完整的检验检测手段和先进的检验检测设备，认可或认证资质齐全。目前，公司在西安、宝鸡两地三区设立活动场所，检测面积 8000 余平米，下设泾渭分部、西北院分部、宝鸡分公司等三个业务分部。现有工作人员 150 余名，其中技术人员 70 余名，拥有各种仪器设备设施 120 多台套。主要承担有色金属、稀有金属、贵金属、钢铁及其合金等产品的化学成份分析、物理性能与力学性能、腐蚀性能测试；材料表面形貌、成分、元素价态等特性的测试与表征；检定校准工作；同时提供技术咨询、实验室规划设计、国际/国家/行业标准制定、计量技术规范、分析方法研究、标准物质研制、人员培训等服务项目。

广州计量检测技术研究院（GIMT）是广州市政府依法设置的国家法定计量检定机构，隶属广州市市场监督管理局。GIMT 依据《计量法》开展计量检定/校准工作，同时承担部分产品的质量监督检验工作。GIMT 现有员工近 450 人，博士、硕士 120 余人，专业技术人员 250 余人，其中高级工程师 57 人，教授级高工 4 人，拥有国务院特殊津贴获得者 1 人，广州市认定高层次人才 3 人。GIMT 已建立社会公用计量标准近 500 项，通过 CNAS 认可的校准和检测项目 1500 余项。GIMT 在理化分析计量及检测方面经验丰富，熟悉仪器测量原理及性能。目前已取得的计量校准 CNAS 资质涵盖质谱仪、色谱仪、光谱仪、气体分析仪、流量测定仪、在线水质类分析设备以及在线气体分析类等多个领域。在计量业务之外，GIMT 也进行化学分析类标准物质的研究工作，具有标准气体的配制能力，目前已通过国家计量行政部门批准的标准物质有 76 种，主持及参与国家计量校准规范 5 项，广东省地方检定规程 8 项，行业计量校准规范 2 项，广东省地方标准 5 项，团体标准 2 项。

广州阳瑞仪器科技有限公司是专业从事国外精密科学分析仪器及相关耗材的高科技公司。公司建设有独立的材料示范实验室，拥有不少于 400 万人民币以上资本的仪器。同时，公司也致力于 X-射线科学研究设备相关周边设备及其技术的科研开发及其相关应用工作，并与中山大学、广东分析测试中心研究所等科研院所建立了联合实验室。公司为理学集团（RIGAKU）授权的华南区域总代理商，主要经营理学集团生产的各种 X-射线粉末衍射仪的进口销售、技术推广及其维护工作，并为客户提供高附加值的全方位解决方案。作为高科技公司，目前专业科研技术力量含博士生一人，研究生共计五人。公司客户群体涵盖国内以及香港、澳门地区等高校、科研机构及大企业公司研发中心等，仪器大量应用于化工、地质、医药、食品、生物、石化、冶金、质检等各种材料分析领域。

广东省科学院材料与加工研究所，现隶属于广东省科学院，是 22 个骨干研究所之一，是公益二类事业单位。研究所主要围绕粉末冶金材料、金属基复合材料、铝镁铜钛有色金

属材料、先进材料成型加工技术及装备等领域，为广东省高层次人才聚集、成果转化应用和创新驱动高端平台三位一体的专业性研究机构，是华南地区重要的新材料研发与应用的科研单位。现有人员 125 人，其中专业技术人员 78 人，高级职称人员 29 人，博士 25 人，硕士 28 人，研究生导师 19 人，在读研究生 40 余人。建有国家钛及稀有金属粉末冶金工程技术研究中心，广东省金属强韧化技术与应用重点实验室等 14 个科技创新平台以及科技成果转化中心。近五年来先后承担了国家、省市各级科研课题近 200 项，项目经费累计达 1.5 亿元，实现成果转移转化收入超 5 亿元。获省部级奖励 20 余项，其中国家科技进步二等奖 1 项、省部级科技进步一等奖 6 项、二等奖 9 项。申请发明专利 174 件、获授权发明专利 71 件、发表学术论文 500 余篇，专著 4 部。

1.3 主要工作过程

广东省科学院工业分析检测中心接到有色金属行业计量技术委员会转发下达的制定任务后，成立了计量规范编制组，对计量技术规范编写工作进行了部署和分工，制定了制定原则及计划工作。本项目主要工作过程经过了以下几个阶段：

1) 2019 年 8 月成立计量规范编制组，参与单位有国标（北京）检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、广州阳瑞仪器科技有限公司、广州计量检测技术研究院和广东省科学院材料与加工研究所，并明确了各自的工作内容和任务。

2) 2019 年 9 月~2019 年 12 月计量规范编制组成员认真学习了《国家计量校准规范编写规则》，对有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范中的计量特性及校准方法进行了讨论，确定了校准项目和方法，在 2020 年 5 月形成了计量规范讨论稿。

3) 2020 年 9 月 21 日~22 日计量规范编制组成员参加了由有色金属行业计量技术委员会组织的在北京召开的 2020 年有色金属行业计量技术规范编制组讨论会，会上与会专家、代表对本计量规范的讨论稿提出了宝贵的意见和建议，会议确定了项目负责起草单位、起草单位及一验、二验单位，明确了各项工作时间进度要求。

4) 2020 年 10 月编制组成员根据 9 月讨论会会议精神，根据会上提出的意见对《有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范》进行了修改完善，去掉了零维探测器校准项目以及应力计量特性，对公式格式规范化，重新调整本计量规范的编写和资料性附录，完善试验数据，不确定度评定示例更加可行，最终形成了本计量规范的征求意见稿。

二、编制原则和依据

2.1 规范编制原则

1) 该规范按照 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》编写。

2) 先进性：本规范依据 JB/T 9400—2010《X 射线衍射仪 技术条件》检测要求，充分考虑到 X 射线衍射仪的发展现状，根据现有检测设备的条件，制订了本规范的基本原则和编制依据，使本规范具有较好的操作性和规范性。

3) 创新性：制定后的计量规范确定了一维探测器、二维探测器 X 射线衍射仪的校准项目和方法，有助于推进一维探测器、二维探测器 X 射线衍射仪的应用，对评价设备性能好坏，提高设备的可比性，保证后期测量数据的可靠性具有较好的作用。

2.2 制定规范主要内容的论据

2.2.1 范围

1) 本规范适用于有色金属材料用配备一维和二维探测器的 X 射线衍射仪的校准。

2.2.2 引用文件

本规范规定了一维和二维探测器的 X 射线衍射仪的校准要求，因此引用了 JB/T 9400《X 射线衍射仪 技术条件》

2.2.3 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。

2.2.4 计量特性

采用一维探测器的 X 射线衍射仪主要计量特性有：仪器 2θ 角示值误差、仪器 2θ 角重复性、仪器分辨力、衍射强度稳定性和能量分辨率；二维探测器的 X 射线衍射仪除上述计量特性外，还有散射效应因素。对此均进行了规定。

2.2.5 校准条件

对一维、二维探测器的 X 射线衍射仪校准的试验环境条件、校准标准物质及相关测量器具均进行了规定。

2.2.6 校准项目和校准方法

根据一维、二维探测器的 X 射线衍射仪的主要性能及技术条件要求，确定出其校准项目。X 射线衍射仪的校准项目有外观及通用要求、仪器 2θ 角示值误差、仪器 2θ 角重复性、仪器分辨力、衍射强度稳定性、能量分辨率和散射效应。依据校准项目，选择满足精

度要求的测量器具进行测量。

2.2.7 校准结果表达

根据上述校准项目结果，按照校准报告规格出具校准证书。

2.2.7 附录性资料

校准规范规定需出具不确定度值，附录中给出了压痕仪校准结果测量不确定度的评定示例，以便本校准规范实施过程中具有可操作性。

三、标准水平分析

3.1 采用国际标准及国外先进标准的程度

据查，目前国内外没有专门针对多晶 X 射线衍射仪一维、二维探测器的校准规范，计量检测机构也未开展该类仪器的检定校准。

3.2 与国际及国外同类标准水平的对比分析

目前国外没有相关技术规范，本规范水平达到国外先进水平。

四、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本规范与有关的现行法律、法规和国家计量技术规范具有一致性，无冲突之处。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

无

六、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议本规范作为推荐性行业计量技术规范，供相关行业参考采用。

七、贯彻标准的要求和措施建议

无

八、废止现行有关标准的建议

无

九、预期效果

本规范的制定实施有利于多晶 X 射线衍射仪的验收和校准，进一步促进多晶 X 射线衍射仪在各行各业中的运用。

十、其他应予说明的事项

无

《有色金属材料用多维探测器 X 射线衍射仪校准规范》标准编制

组

2020 年 10 月 13 日