

**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

（送审稿）

××××—××—××发布 ××××—××—××实施

中华人民共和国工业和信息化部 **发 布**



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

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： 李扬、伍超群、周鹏、孙大翔

参加起草人： 何欣、刘海波、庄敏、樊志罡、房永强、李杏英

**目 录**

[引 言 II](#_Toc19088)

[1 范围 3](#_Toc11979)

[2 规范性引用文件 3](#_Toc12182)

[3 概述 3](#_Toc28021)

[4 计量特性 3](#_Toc22790)

[4.1仪器2θ角示值误差…………………………………………………………………………3](#_Toc23194)

[4.2 仪器2θ角重复性……………………………………………………………………………3](#_Toc23194)

[4.3 仪器分辨力…………………………………………………………………………………3](#_Toc23194)

[4.4衍射强度稳定度……………………………………………………………………………3](#_Toc23194)

[4.5 散射效应](#_Toc23194)……………………………………………………………………………………..3

[5 校准条件 4](#_Toc9233)

[5.1 环境条件 4](#_Toc27083)

[5.2标准物质及测量器具 4](#_Toc26735)

[6 校准项目和校准方法 4](#_Toc27083)

[6.1校准项目 4](#_Toc26735)

[6.2校准方法 4](#_Toc3943)

[7校准结果表达 ….. ……………………………………………………………… 7](#_Toc3943)

[8复校时间间隔………………………………………………………………………………… 7](#_Toc3943)

[附录A 校准原始记录参考格式………………………………………………………………. 8](#_Toc3943)

[附录B 校准证书内页参考格式……………………………………………………………. 9](#_Toc3943)

[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……………………… 11](#_Toc22280)

# 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 规范性引用文件

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 仪器2θ角示值误差

采用硅标样（5.2）时，要求一维探测器的2θ角测量示值误差不大于0.03°，二维探测器的2θ角测量示值误差不大于0.04°。

4.2 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°。

4.3 仪器分辨力

采用硅标样时，要求仪器分辨力不大于60%。

4.4衍射强度稳定度

采用硅标样时，要求一维探测器的衍射强度相对极差不大于1.5%，二维探测器的衍射强度相对极差不大于5%。

4.5 散射效应

采用硅标样时，要求2θ半高宽增宽不大于0.08°。

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：（15~30）℃；

b) 相对湿度：不大于65%；

c) 周围环境清洁，无振动。

5.2 标准物质

X射线衍射标准物质，采用粉末衍射用标准硅粉，平均粒径约10μm，晶格常数不确定度不大于0.00001nm。

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 | 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CuKα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°～140°，扫描速度不大于10°/min，步长不大于0.02°，测量衍射数据5次并记录。

注：不同仪器厂家的狭缝设置模式不尽相同，可通过相应规则进行换算。

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，以5次衍射数据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°~29.5°），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（2θ）*作为校准结果。

………………………………….…………（1）



式中：

*S(2θ)* —— *2θ*角单次测量值的标准偏差，（°）；

*2θi* —— *2θ*角的单次测量值，（°）；

*—— 2θ*角的平均测量值，（°）；

*n* —— 测量次数。

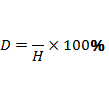
6.2.4 仪器分辨力

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，一维探测器X射线衍射仪设置为“一维模式”，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°~29.5°），二维探测器X射线衍射仪设置为“二维模式”，对硅标样（422）晶面的2θ角进行连续扫描（采用Cu靶时扫描范围为87.0°~89.0°），测量衍射数据5次并记录。

6.2.4.3 根据公式（2）计算单次衍射数据的仪器分辨力，以5次衍射数据的平均计算值为校准结果。

................................................................................（2）



式中：

*D* ——仪器分辨力，%；

*h* —— 相应晶面Kα1 衍射峰和相应晶面Kα2衍射峰之间峰谷对应的衍射强度；

*H* —— 相应晶面Kα2 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°/min，步长不大于0.01°，将探测器设置为“一维模式”或“二维模式”，对硅标样的（111）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 用积分法计算衍射峰的积分强度，根据公式（4）计算衍射峰的相对极差，作为仪器的衍射强度稳定度。

.......................................................................... (4)

式中：

*R* —— 衍射强度的相对极差；

*Imax* —— 衍射强度的最大值；

*Imin* —— 衍射强度的最小值；

—— 衍射强度的平均值。

6.2.6 散射效应

6.2.6.1 按6.2.2.1步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.6.2 按6.2.2.2的测试条件，扫描速度不大于0.5°/min，步长不大于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。

6.2.6.3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：

1. 标题： “校准证书” ；
2. 实验室名称和地址；
3. 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
4. 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
5. 委托单位的名称和地址；
6. 被校对象的描述和明确标识；
7. 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；
8. 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；
9. 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
10. 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
11. 校准环境的描述；
12. 校准结果及其测量不确定度的说明；
13. 对校准规范偏离的说明；
14. 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期；
15. 校准结果仅对被校对象有效的声明；
16. 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 | | 一维探测器不大于0.02°  二维探测器不大于0.03° | |  |  | |  | |  |  | |  |  |
| 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 | | 一维探测器不大于1.5%  二维探测器不大于5% | |  |  | |  | |  |  | |  |  |
|  |  | |  | |  |  | |
| 散射效应 | | 不大于0.08° | |  |  | |  | |  |  | |  |  |

**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

证书编号××××××—××××

校准结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | | 计量项目 | 技术要求 | 校准结果 | 备注 | | | 仪器2θ角示值误差 | 一维探测器不大于0.02°  二维探测器不大于0.03° |  |  | | 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 | 一维探测器不大于1.5%  二维探测器不大于5% |  |  | | | 散射效应 | 不大于0.08° |  |  |   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CuKα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°～29.5°，扫描速度2°/min，步长0.01°。

C.3 测量器具

X射线衍射用Nist标准硅粉，平均粒径约10μm，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：

…………………….（C.1）

式中：

——仪器2θ角示值的标准不确定度，°；

——测量重复性引入的标准不确定度，°；

——标准物质引入的标准不确定度，°。

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；

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。

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*u1（δ2θ*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。

……………………………..（C.2）

式中：

——第次2θ测量值，°；

 ——次测量的平均值，°；

——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：

°

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*u2*（*δ2θ*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*u2（δ2θ*s）为0.0001°。

C.6 合成标准不确定度*uc（δ2θ）*

按式C.1计算合成标准不确定度*uc（δ2θ）*。

=0.00023°

C.7 扩展不确定度

取包含因子，其扩展不确定度为：

*Uk（δ2θ）=k·uc（δ2θ）=*0.00046°