

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 Detectors for Non-Ferrous Metals Materials

（报批稿）

××××—××—××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××

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 Detectors for Non-Ferrous Metals Materials

归 口 单 位：中国有色金属工业协会

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

本规范委托有色金属行业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

李 扬 (广东省科学院工业分析检测中心)

伍超群 (广东省科学院工业分析检测中心)

周 鹏 (广东省科学院工业分析检测中心)

孙大翔 (广东省科学院工业分析检测中心)

参加起草人：

何 欣 (广州计量检测技术研究院)

刘海波 (广州阳瑞仪器科技有限公司)

樊志罡 [国标（北京）检验认证有限公司]

房永强 (西安汉唐分析检测有限公司)

庄 敏 (广州阳瑞仪器科技有限公司)

李杏英 (广东省科学院材料与加工研究所)

**目 录**

引 言 (II)

1 范围 (1)

2 引用文件 (1)

3 概述 (1)

4 计量特性 (2)

4.1 仪器2*θ*角示值误差 (2)

4.2 仪器2*θ*角重复性 (2)

4.3 仪器分辨力 (2)

4.4 衍射强度稳定性 (2)

4.5 散射效应 (2)

5 校准条件 (2)

5.1 环境条件 (2)

5.2 测量标准物质 (3)

6 校准项目和校准方法 (3)

6.1 校准项目 (3)

6.2 校准方法 (3)

7 校准结果表达 (5)

8 复校时间间隔 (6)

附录A 标准硅粉X射线衍射数据 (7)

附录B 校准原始记录参考格式 (8)

附录C 校准证书内页参考格式 (9)

附录D 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 (10)

# 引 言

本规范是以JJF1071-2010《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JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》为基础性系列规范进行编写的。

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线阵或二维阵列探测器的X射线衍射仪的校准。

其他材料用多维探测器X射线衍射仪的校准可参考本规范。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

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。配备一维线阵探测器和二维阵列探测器的X射线衍射仪光路结构示意图分别见图1和图2。

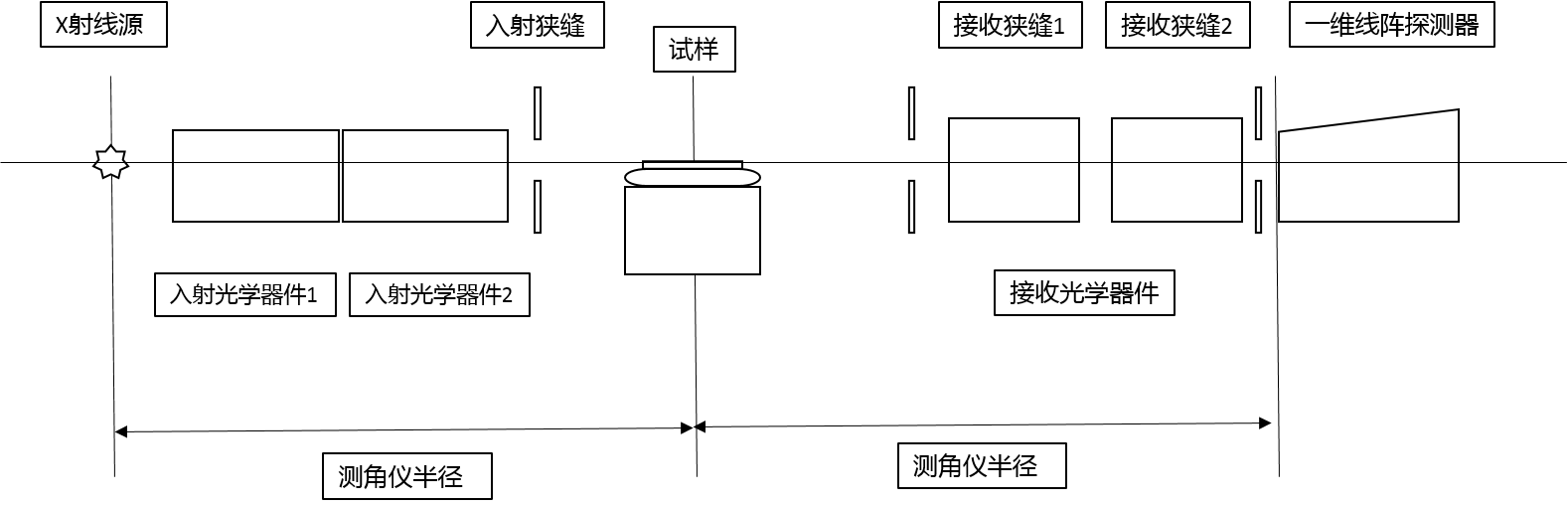


图1 一维线阵探测器X射线衍射仪光路结构示意图

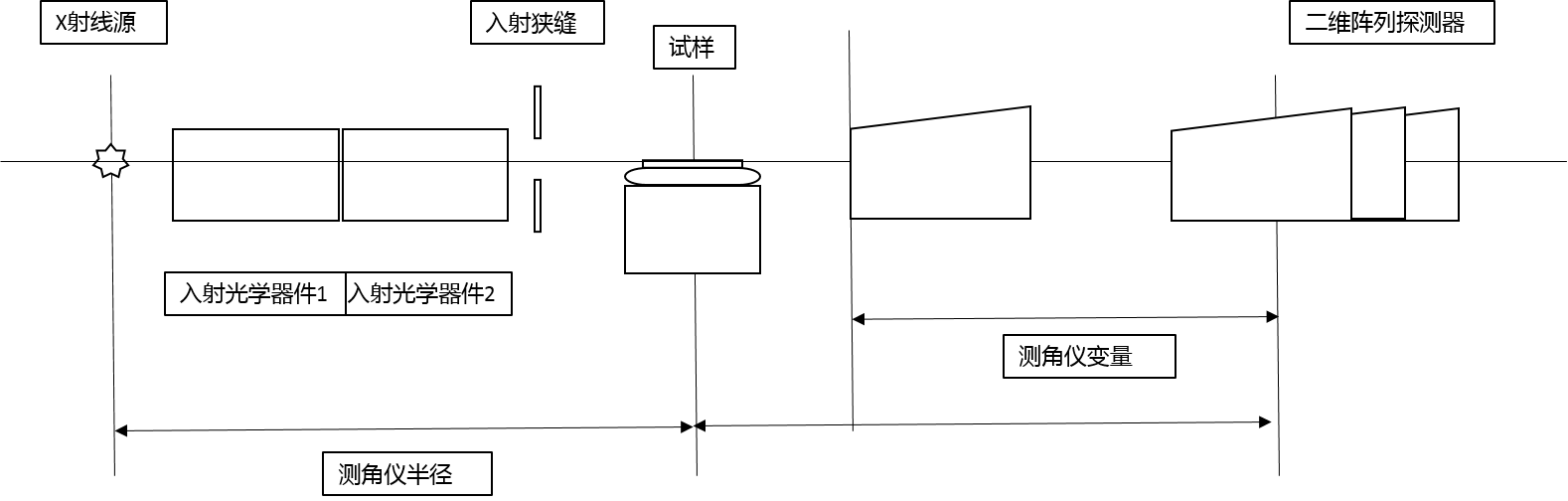


图2 二维阵列探测器X射线衍射仪光路结构示意图

4 计量特性

4.1 仪器2*θ*角示值误差

一维线阵探测器的2*θ*角测量示值误差在±0.03°以内，二维阵列探测器的2*θ*角测量示值误差在±0.04°以内。

4.2 仪器2*θ*角重复性

2*θ* 角标准偏差不大于0.002°。

4.3 仪器分辨力

仪器分辨力不大于60%。

4.4 衍射强度稳定性

一维线阵探测器的衍射强度相对极差单位时间内不大于1.5%/h，二维阵列探测器的衍射强度相对极差不大于5%/h。

4.5 散射效应

2*θ* 角半高宽增宽不大于0.08°。

注：以上指标要求不作为合格判定依据，仅供参考。

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 测量标准物质

标准物质采用粉末衍射用标准硅粉，平均粒径约10μm，晶格常数的标准不确定度不大于0.000 01nm。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

6.1.1 外观及通用要求

6.1.1.1 仪器上应标有名称、型号、出厂编号、制造厂名。

6.1.1.2 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。

6.1.1.3 其它技术条件应符合JB/T 9400的要求。

6.1.2 计量特性要求

计量特性要求见第4章。

6.1.3 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 | 一维线阵探测器  X射线衍射仪 | 二维阵列探测器  X射线衍射仪 |
| 1 | 外观及通用要求 | + | + |
| 2 | 仪器2*θ*角示值误差 | + | + |
| 3 | 仪器2*θ*角重复性 | + | + |
| 4 | 仪器分辨力 | + | + |
| 5 | 衍射强度稳定性 | + | + |
| 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 仪器2*θ*角示值误差

6.2.1.1 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*、2*θ*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。

6.2.1.2 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CuKα1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。

6.2.1.3 用积分法计算硅标样的11条衍射峰峰位，与标准衍射数据（见附录A）对比，计算出每条衍射峰的2*θ*角偏差，以5次衍射数据的平均值作为校准结果。

6.2.2 仪器2*θ*角重复性

6.2.2.1 按6.2.1.1步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.2.2 参照6.2.1.2的测试条件，对硅标样（111）晶面的2*θ*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。

6.2.2.3 根据公式（1）计算标准偏差，以标准偏差s（2*θ*）作为校准结果。

 （1）

式中：

 —— **角单次测量值的标准偏差，°；

**—— **角的单次测量值，°；

*—— *角的平均测量值，°；

 —— 测量次数。

6.2.3 仪器分辨力

6.2.3.1 按6.2.1.1步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.3.2 参照6.2.1.2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2*θ*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2*θ*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。

6.2.3.3 根据公式（2）计算单次衍射数据的仪器分辨力，以5次分辨力测量结果的算数平均值作为校准结果。

 （2）

式中：

** ——仪器分辨力；

** —— 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；

** —— 相应晶面Kα2 衍射峰峰顶对应的衍射强度。

6.2.4 衍射强度稳定性

6.2.4.1 按6.2.1.1步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.4.2 参照6.2.1.2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2*θ*角进行连续扫描，在不少于1小时时间内分别测量衍射数据10次并记录。

6.2.4.3 用积分法计算衍射峰的积分强度，根据公式（3）计算衍射峰的相对极差*R*，以1小时内10次数据相对极差的平均值作为校准结果。

** （3）

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；

—— 衍射强度的平均值。

6.2.5 散射效应

6.2.5.1 按6.2.1.1步骤进行光路调整和零位校准。

6.2.5.2 参照6.2.1.2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2*θ*角进行连续扫描，将探测器分别设置为“零维模式”和“二维模式”，在不少于1小时时间内分别测量衍射数据10次并记录。

6.2.5.3计算每条衍射峰的半高宽，计算“二维模式”下（111）、（422）、（533）晶面衍射峰半高宽比“零维模式”相应晶面半高宽的加宽，取（111）、（422）、（533）半高宽加宽最大值作为仪器的散射效应校准结果。

7 校准结果表达

校准记录推荐格式参见附录B，校准证书内页推荐格式参见附录C，校准证书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，应重新校准。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

# 标准硅粉X射线衍射数据

采用CuKα1辐射时，标准硅粉X射线衍射数据见表A.1：

表A.1 标准硅粉Cu Kα1 X射线衍射数据表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 晶面间距d（Å） | 相对强度 | 晶面指数hkl | 2*θ*（°） |
| 3.1355 | 100 | 111 | 28.442 |
| 1.9201 | 55 | 220 | 47.302 |
| 1.6375 | 30 | 311 | 56.121 |
| 1.3577 | 6 | 400 | 69.130 |
| 1.2459 | 11 | 331 | 76.377 |
| 1.1086 | 12 | 422 | 88.026 |
| 1.0452 | 6 | 511 | 94.948 |
| 0.9600 | 3 | 440 | 106.715 |
| 0.9180 | 7 | 531 | 114.087 |
| 0.8587 | 8 | 620 | 127.541 |
| 0.8282 | 3 | 533 | 136.890 |

# 附录B

# 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

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

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 主要测量标准物质 | 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 | | | | | | | | 计算结果 | 不确定度 |
| 1 | 2 | | 3 | | 4 | 5 | |
| 仪器2*θ*角  示值误差 | | 一维探测器不大于0.03°；二维探测器不大于0.04° | |  |  | |  | |  |  | |  |  |
| 仪器2*θ*角  重复性 | | 不大于0.002° | | （111）晶面2*θ*角 | | | | | | | |  |  |
|  |  | |  | |  |  | |
|  |  | |  | |  |  | |
| 仪器分辨力 | | 不大于60% | |  |  | |  | |  |  | |  |  |
| 衍射强度  稳定性 | | 一维探测器不大于1.5%/h；二维探测器不大于5%/h | | （111）晶面衍射强度 | | | | | | | |  |  |
|  |  | |  | |  |  | |
|  |  | |  | |  |  | |
| 散射效应 | | 不大于0.08° | |  |  | |  | |  |  | |  |  |
|  |  | |  | |  |  | |

**校准员： 核验员：**

# 附录C

# 校准证书内页参考格式

证书编号××××××—××××

校准结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 计量项目 | 技术要求 | 测量值 | | | | | 计算结果 | 不确定度 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 仪器2*θ*角示值误差 | 一维探测器不大于0.03°  二维探测器不大于0.04° |  |  |  |  |  |  |  |
| 仪器2*θ*角  重复性 | 不大于0.002° | （111）晶面2*θ*角 | | | | |  | / |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| 仪器分辨力 | 不大于60% |  |  |  |  |  |  |  |
| 衍射强度  稳定性 | 一维探测器不大于1.5%/h  二维探测器不大于5%/h | （111）晶面衍射强度 | | | | |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| 散射效应 | 不大于0.08° |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| 本次测量的不确定度： | | | | | | | | |

# 附录D

# 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

D.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2*θ*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。

D.2 测量依据

依据本规范6.2.1，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°。

D.3 测量标准物质

X射线衍射使用Nist标准硅粉，平均粒径约10μm，晶格常数的标准不确定度不大于0.000 01nm，其标准不确定度为0.000 1°。

D.4 测量模型

仪器2*θ*角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。计算公式用式（D.1）表示：

 （D.1）

式中：

2*θ*——2*θ*测量结果，°；

2*θi*——第次2*θ*测量值，°。

D.5 不确定度来源

D.5.1 标准硅粉2*θ*角测量重复性（含仪器分辨率引入的标准不确定度分量）引入的标准不确定度。

D.5.2 标准硅粉晶格常数不确定度引入的2*θ*角示值标准不确定度。

D.6 标准不确定度评定

D.6.1标准硅粉2*θ*角测量重复性引入的标准不确定度

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2*θ*角重复测量10次，测量数据见表D.1。

表 D.1标准硅粉（111）晶面2*θ*角示值重复测量数据

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

按式（D.2）计算测量实验标准偏差。

 （D.2）

式中：

*s*(2*θi)* ——测量实验标准偏差，°；

 ——*n*次测量的平均值，°；

*n* ——重复测量的次数。

根据表D.1的数据，得到2*θ*角示值重复性测量实验的标准偏差为0.000 46°，故测量重复性引入的标准不确定度为：

=0.000 205°

D.6.2标准硅粉晶格常数不确定度引入的2*θ*角示值标准不确定度

Si标准物质2*θ*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0.000 01nm，标准硅粉引入的标准不确定度为0.000 1°。

D.7合成标准不确定度

合成不确定度可用式（D.3）表示：

 （D.3）

式中：

——仪器2*θ*角示值的合成标准不确定度，°；

——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，°。

按式（D.3）计算合成标准不确定度：

=0.000 23°

D.8 扩展不确定度

取包含因子，其扩展不确定度为：

=0.000 46°