



中华人民共和国工业和信息化部 兵工民品计量技术规范

JJF（兵工民品） 0026—2023

短波长特征 X 射线衍射仪校准规范

Calibration Specification for Short Wave-length Characteristic
X-ray Diffractometer

（报批稿）

20XX—XX—XX 发布

20XX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

短波长特征X射线衍射仪 校准规范

Calibration Specification for Short
Wave-length Characteristic X-ray
Diffractometer

JJF（兵工民品） 0026—2023

归口单位：中国兵器工业标准化研究所

主要起草单位：中国兵器装备集团第五九研究所有限公司

参与起草单位：北京科技大学

国防科技工业 5011 二级计量站

北京理工大学

本规范技术条文委托起草单位负责解释

本规范主要起草人：

郑 林（中国兵器装备集团第五九研究所有限公司）

窦世涛（中国兵器装备集团第五九研究所有限公司）

陈 新（中国兵器装备集团第五九研究所有限公司）

参加起草人：

张 津（北京科技大学）

徐春广（北京理工大学）

计鹏飞（北京科技大学）

赵方超（中国兵器装备集团第五九研究所有限公司）

朱 超（国防科技工业 5011 二级计量站）

朱 蕾（中国兵器装备集团第五九研究所有限公司）

王元东（中国兵器装备集团第五九研究所有限公司）

目 录

1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 术语和计量单位.....	(1)
4 概述.....	(1)
4.1 原理.....	(1)
4.2 结构.....	(2)
4.3 用途.....	(2)
5 计量特性.....	(3)
6 校准条件.....	(3)
6.1 环境条件.....	(3)
6.2 测量标准及其它设备.....	(3)
7 校准项目和校准方法.....	(4)
7.1 校准项目.....	(4)
7.2 校准方法.....	(5)
8 校准结果表达.....	(8)
9 复校时间间隔.....	(8)
附录 A 原始记录格式	(9)
附录 B 校准证书内页格式	(10)
附录 C 测量不确定度评定示例	(11)

引 言

本规范依据 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。

本规范为首次发布。

短波长特征 X 射线衍射仪校准规范

1 范围

本规范适用于短波长特征 X 射线衍射仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 97-2001 测角仪

JJG 629-2014 多晶X射线衍射仪

GB/T 26594-2011 无损检测仪器 工业用X射线管性能测试方法

GB/T 7704-2017 无损检测 X射线应力测定方法

GBZ 117-2015 工业X射线探伤放射防护要求

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 术语和计量单位

JJG 629-2014 界定的及以下术语和定义适用于本规范。

3.1

短波长特征 X 射线 Short Wave-length Characteristic X-ray

重金属靶（钨靶、钽靶、铂靶等）X射线管发出的波长小于0.021 nm的特征射线。

3.2

短波长特征 X 射线衍射仪 Short Wave-length Characteristic X-ray Diffractometer

利用钨靶、铂靶、钽靶等发出的 $W\alpha$ 、 $Pt\alpha$ 、 $U\alpha$ 特征 X 射线开展 X 射线衍射分析的仪器。

4 概述

4.1 原理

短波长特征 X 射线衍射仪采用钨靶、铂靶、钽靶等重金属靶材 X 射线管作为辐射源，利用 $K\alpha$ 短波长特征 X 射线的强穿透性射入工件内部，通过对衍射线进行光子能量分析，提取 $K\alpha$ 短波长特征 X 射线，实现内部衍射信息的低强度衰减探测；通过入射准直器、接收准直器构成的光路系统，保证在测试中的被测试部位保持不变，被测试部位始终位于衍射仪圆圆心。通过试样台上的三维 X、Y、Z 轴的平移运动，调整衍射体积内参与衍射的部位，从而选取试样不同的位置进行测试分析，获取特定部位的内部衍射

信息。衍射光路如图 1 所示，图中样品处深色部位为被测试部位。晶体衍射遵从布拉格公式（1）。

$$2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = n\lambda \quad (1)$$

式中：

d ——晶面间距，nm；

hkl ——晶面指数；

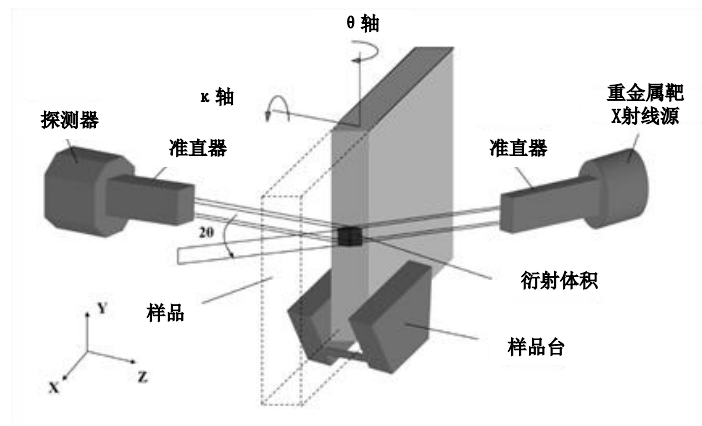
θ ——衍射峰角度的一半，°；

n ——为反射级数；

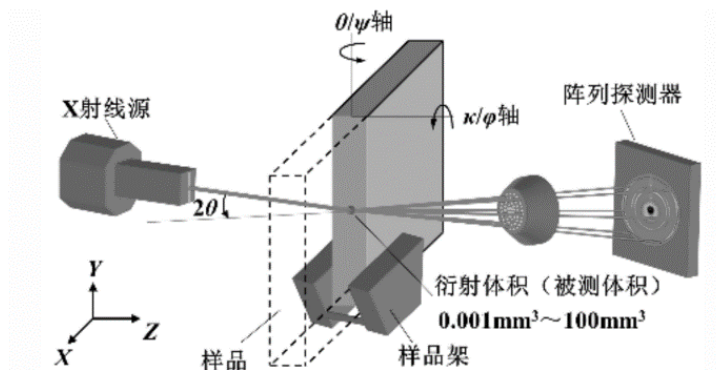
λ ——X 射线波长，nm。

4.2 结构

短波长特征 X 射线衍射仪主要包括 X 射线源系统、光路系统、测角系统、样品台系统和探测系统，总体为透射光路，样品位于仪器衍射体积中心，短波长特征 X 射线衍射法光路示意图见图 1。



(a) 单点探测光路示意图



(b) 阵列探测光路示意图

图 1 短波长特征 X 射线衍射法光路示意图

4.3 用途

短波长特征 X 射线衍射仪可用于晶体材料内部（残余）应力、织构、物相等的无损

检测分析, 具有无损检测内部衍射信息的优势。

5 计量特性

短波长特征 X 射线衍射仪计量特性见表 1。

表 1 短波长特征 X 射线衍射仪计量特性

计量特性	技术参数
仪器 θ 、 2θ 、 κ 轴的角度测量范围及示值误差	测量范围: θ 轴: $-40^{\circ}\sim+40^{\circ}$, 2θ 轴: $-30^{\circ}\sim+30^{\circ}$, κ 轴: $-45^{\circ}\sim+45^{\circ}$
	示值误差: θ 轴: $\pm 0.001^{\circ}$, 2θ 轴: $\pm 0.0006^{\circ}$, κ 轴: $\pm 0.5^{\circ}$
2θ 轴角度测量重复性	$\leq 0.001^{\circ}$
仪器 X、Y、Z 轴位移台运动范围及示值误差	运动范围: (0~150) mm
	示值误差: $\pm 10\ \mu\text{m}$
衍射强度稳定性	$\leq 5\%/8\ \text{h}$
X 射线源电压、电流、功率	电压: (160~450) kV
	电流: (0.1~20mA) mA
	功率: (16~9 000) W
单点探测器能量分辨力	$\leq 5\%$
阵列探测器像素尺寸及能量分辨力	像素尺寸: $\leq 150\ \mu\text{m}\times 150\ \mu\text{m}$
	能量分辨力: $\leq 20\%$
晶面间距测试误差	$\leq 0.1\%$
残余应力测量误差	$\leq \pm 25\ \text{MPa}$
仪器沿样品厚度方向分辨力	$\leq 3\ \text{mm}$

6 校准条件

6.1 环境条件

环境条件应满足以下要求:

- a) 环境温度: (15~25) $^{\circ}\text{C}$, 校准过程中温度变化不超出 $\pm 2^{\circ}\text{C}$;
- b) 相对湿度: 不大于 80%;
- c) 周围环境无震动;
- d) 屏蔽实验室具备相应电压等级的 X 射线屏蔽防护能力, 应符合 GBZ 117-2015 要求。

6.2 测量标准及其它设备

测量标准及其它设备见表 2。

表 2 测量标准及其它设备

测量标准及其它设备	技术参数
硅粉标准样品	在氩气保护气氛下 1 000℃退火 2 h, 中值粒径为 4.1μm
无应力铁粉样品	经充分真空退火且粘接成形, 内部残余应力认为是 0 MPa
游标卡尺	测量范围 (0~150) mm, 分辨力 0.02 mm
千分表	测量范围 (0~10) mm, 分辨力 0.001 mm
双轴光电自准直仪和正多面体棱体	角度分辨力优于 1"、四等
高精度倾角传感器	角度测量分辨力 0.05°
²⁴¹ Am 放射源	——

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

7.1.1 短波长特征X射线衍射仪校准项目

短波长特征X射线衍射仪校准项目见表3。

表 3 短波长特征 X 射线衍射仪校准项目

序号	校准项目	首次校准	后续校准	使用中检查
1	仪器 θ 、 2θ 、 κ 轴的角度测量范围及示值误差	+	—	—
2	2θ 轴角度测量重复性	+	+	+
3	仪器 X、Y、Z 轴位移台运动范围及示值误差	+	+	+
4	衍射强度稳定性	+	+	+
5	X 射线源电压、电流、功率	+	—	+
6	单点探测器能量分辨力	+	—	—
7	阵列探测器像素尺寸及能量分辨力	+	—	—
8	晶面间距测量误差	+	+	—
9	残余应力测量误差	+	+	—
10	仪器沿样品厚度方向分辨力	+	+	—
注: 表格中“+”表示需要校准项目, “—”表示不需要校准项目。				

7.1.2 外观及通用要求

外观及通用要求如下:

- 标有名称、型号、出厂编号、制造厂名、制造日期;
- 安装在隔震台上, 避免外部震动造成角度测量数据漂移;
- 运动部件运动平稳, 可能碰撞部位应设置限位传感器, 避免碰撞。

7.1.3 漏射线比释动能率

漏射线比释动能率仪器在X射线屏蔽实验室、屏蔽柜内使用时，漏射线比释动能率应符合GBZ 117-2015要求。

7.1.4 接地电阻

仪器X射线高压发生器、X射线管、循环冷却系统、电气控制柜必须接地良好，接地电阻应小于4 Ω ，符合国标GB/T 26594-2011要求。

7.2 校准方法

7.2.1 外观及通用要求

目视检查。

7.2.2 仪器 θ 、 2θ 、 κ 轴的角度测量范围及示值误差

7.2.2.1 θ 轴、 2θ 轴的角度测量范围及示值误差

按照 JJG 97-2001 要求， θ 轴、 2θ 轴的角度测量范围采用双轴光电自准直仪、正多面棱体进行测量，将正多面棱体先后安装到 θ 轴、 2θ 轴上，双轴光电自准直仪调试完成后，转动 θ 轴、 2θ 轴，测量 θ 轴、 2θ 轴角度测量范围；转动 θ 轴、 2θ 轴至正多面棱体的特定角度，记录仪器读数数据和双轴光电自准直仪读数数据在校准原始记录表中，其格式见附录 A。按公式 (2) (3) 计算仪器 θ 轴、 2θ 轴的角度测量误差。

$$F_{\alpha i} = (\alpha_i - \alpha_1) - \beta_i \quad (2)$$

$$F = F_{\alpha i \max} - F_{\alpha i \min} \quad (3)$$

式中：

α_1 ——棱体第 1 个工作面中心角度， $^\circ$ ；

α_i ——棱体第 i 个工作面中心角度， $^\circ$ ；

β_i ——棱体第 i 个工作面偏差值， $^\circ$ ；

$F_{\alpha i \max}$ ——棱体工作面最大偏差值， $^\circ$ ；

$F_{\alpha i \min}$ ——棱体工作面最小偏差值， $^\circ$ ；

F —— θ 轴、 2θ 轴角度测量误差， $^\circ$ 。

7.2.2.2 κ 轴角度测量范围及示值误差

采用计量校准后的高精度倾角传感器进行测量，将倾角传感器水平安装在欧拉环上，转动欧拉环，测量 κ 轴的角度测量范围；转动欧拉环至不同角度，记录仪器读数数据和高精度倾角传感器数据，按公式 (4) 计算仪器 κ 轴角度测量误差。

$$F_{\kappa} = \kappa - Q \quad (4)$$

F_{κ} —— κ 轴角度测量误差， $^\circ$ ；

κ —— κ 轴角度测量值， $^\circ$ ；

Q ——高精度倾角传感器角度测量值， $^\circ$ 。

7.2.3 2θ 轴角度测量重复性

利用短波长特征 X 射线衍射仪对厚度 10 mm 的硅粉标准样品 Si (220) 晶面重复测试 7 次, 按公式 (5) 计算标准偏差。

$$s(2\theta) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (2\theta_i - \bar{2\theta})^2}{n-1}} \quad (5)$$

式中:

$s(2\theta)$ —— 2θ 角度测得值的标准偏差, °;

$2\theta_i$ —— 2θ 角的单次测量值, °;

$\bar{2\theta}$ —— 2θ 角的平均测量值, °;

n —— 测量次数, 次。

7.2.4 仪器 X、Y、Z 轴位移台运动范围及示值误差

利用计量校准后的游标卡尺测量仪器 X、Y、Z 轴位移台在两个限位开关内的实际运动长度, 重复测量三次取平均值作为位移台运动范围。利用计量校准后的千分表测量运动误差, 将千分表固定, 重复发送命令使位移台运动至特定坐标, 该坐标在千分表上显示读数, 读取千分表读数 N , 平均值即为位移台误差。

7.2.5 衍射强度稳定性

短波长特征 X 射线衍射仪调整至正常工作状态后, 将无应力铁粉标样放置在样品架上。测量条件为: 将探测器置于 Fe (110) 晶面的理论衍射角度, 保持衍射角度不变, 测定 Fe (110) 晶面的衍射强度。采用定时计数法, 定时时间为 600 s, 仪器稳定后, 每隔 30 min 记录一次计数, 连续 8 h, 按公式 (6) 计算该组数据的相对极差。

$$R = \frac{N_{\max} - N_{\min}}{\bar{N}} \times 100\% \quad (6)$$

式中:

R —— 衍射强度的相对极差;

\bar{N} —— 衍射强度的平均值, counts;

N_{\max} —— 衍射强度的最大值, counts;

N_{\min} —— 衍射强度的最小值, counts。

7.2.6 X 射线源电压、电流、功率

通过 X 射线源控制器读取电压、电流, 通过电压电流计算 X 射线管的功率。

7.2.7 单点探测器能量分辨力

将 ^{241}Am 放射源置于单点探测器窗口前, 开启单点探测器, 获取 ^{241}Am 能谱, 分析 ^{241}Am 放射源的 59.5 keV 峰的半高宽 (FWHM), 按公式 (7) 计算单点探测器能量分辨力。

$$E_R = \text{FWHM} / E_p \times 100\% \quad (7)$$

式中:

E_R ——能量分辨力, %;

FWHM——峰的半高宽, keV;

E_p ——峰的能量, keV。

7.2.8 阵列探测器像素尺寸及能量分辨力

7.2.8.1 阵列探测器像素尺寸

利用阵列探测器拍摄标准量块的成像图片, 利用图像处理软件分析标准量块的成像数据, 确定像素数量和图像长度, 计算得到像素尺寸。

7.2.8.2 阵列探测器能量分辨力

利用阵列探测器测试 ^{241}Am 放射源 59.5 keV 峰的衍射数据, 设置阵列探测器的高、低能量阈值, 二者间隔 6 keV, 低能阈值设置在 59.5 keV 附近, 步进 2.5 keV。对测试获得的 X 射线计数和能量阈值进行拟合, 阵列探测器能量分辨力按照公式 (7) 计算。

7.2.9 晶面间距测量误差

对于硅粉标准样品, 采用短波长特征 X 射线衍射仪测定硅粉标准样品 Si (220) 晶面衍射谱, 测试七次, 确定衍射峰 $2\theta_{hkl}$, 按布拉格公式 (8) 计算得到的 Si (220) 晶面间距 $d_{(220)}$ 。

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta_{hkl}} \quad (8)$$

式中:

d_{hkl} —— (hkl) 晶面的晶面间距, nm;

θ_{hkl} —— (hkl) 晶面衍射角度的一半, °;

λ ——X 射线的波长, nm。

Si (220) 晶面间距 $d_{(220)}$ 的多次连续测试结果之标准差作为晶面间距重复测量误差, 其值应不大于所测 $d_{(220)}$ 算术平均值的 0.1%。

7.2.10 残余应力测量误差

按照 GB/T 7704-2017, 粉末材料被认为无应力, 可用于残余应力值测量误差的校正和残余应力 X 射线衍射检测设备的校准。对于无应力铁粉标样, 采用短波长特征 X 射线衍射仪连续测试 Fe (211) 晶面七次, 所得的应力平均值应在 ± 25 MPa 以内, 其标准差不大于 15 MPa。

7.2.11 仪器沿样品厚度方向分辨力

将探测器固定至铜箔 Cu (111) 晶面衍射角度, 测试厚度为 0.2 mm 轧制铜箔沿厚度方向 (垂直于仪器衍射矢量方向) 分布的强度曲线, 衍射强度的 80% 所占宽度为仪器沿样品厚度分辨力。

8 校准结果表达

校准结束后出具校准证书, 推荐原始记录格式见附录A, 校准证书内页格式见附录B。校准证书应准确、客观的报告校准结果。校准结果用校准数据的形式给出, 并给出测量不确定度评定示例见附录C。校准证书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) 校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识;
- 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, 不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

仪器复校时间间隔为两年, 如果仪器经过维修、更换重要部件、仪器发生碰撞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、仪器本身质量等诸多因素所决定的, 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

短波长特征 X 射线衍射仪校准原始记录格式

校准单位		委托单位		校准日期		证书编号			
仪器名称		型号规格		仪器编号		制造厂商			
校准地点		环境温度		相对湿度		其他			
依据的规范标准									
主要计量器具	名称	型号	规格			编号	有效期限		
外观									
计量项目	技术要求	测量值							校准结果
		第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次	第 7 次	
仪器 θ 、 2θ 、 κ 轴的角度测量范围及示值误差									
2 θ 轴角度测量重复性									
仪器 X、Y、Z 轴位移台运动范围及示值误差									
衍射强度稳定性									
X 射线源电压、电流、功率									
单点探测器能量分辨力									
阵列探测器像素尺寸及能量分辨力									
晶面间距测量误差									
残余应力测量误差									
仪器沿样品厚度方向分辨力									

注：上述表中测试数据根据实际测试情况填写。

校准员：

核验员：

（盖章）

附录 B

校准证书（报告）参考格式

证书（报告）编号：XXXX

短波长特征 X 射线衍射仪校准证书（报告）

校准单位		委托单位		校准日期			
仪器名称		型号规格		仪器编号		制造厂商	
校准地点		环境温度		相对湿度		其他	
依据的 规范标准							
计量项目		技术要求		校准结果		结论	
仪器 θ 、 2θ 、 κ 轴的角度测量范围及示值误差							
2θ 轴角度测量重复性							
仪器 X、Y、Z 轴位移台运动范围及示值误差							
衍射强度稳定性							
X 射线源电压、电流、功率							
单点探测器能量分辨力							
阵列探测器像素尺寸及能量分辨力							
晶面间距测量误差							
残余应力测量误差							
仪器沿样品厚度方向分辨力							

校准员：

核验员：

（盖章）

附录 C

测量不确定度评定示例

C.1 概述

短波长特征 X 射线衍射仪的示值误差和检测重复性的不确定来源主要包括：标准硅粉样品 2θ 角测量重复性引入的标准不确定度、标准硅粉样品晶格常数不确定度引入的 2θ 角示值标准不确定度等。本附录以衍射角 2θ 角、晶面间距的不确定度作为示例，对其进行测量不确定度评定。

C.2 衍射角 2θ 的测量不确定度

C.2.1 测量模型

2θ 角度为角度传感器的直接测量值，基于测量的衍射角 2θ —衍射强度 I 曲线（即衍射谱）定峰分析确定衍射角 2θ ，取 m 次测量值的平均值作为测量结果。衍射角 2θ 测量不确定度按式 (C.1) 计算。

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

式中：

$u_c(\delta 2\theta)$ ——衍射角 2θ 测量的标准不确定度，°；

$u(e_1)$ ——测量重复性引入的标准不确定度，°；

$u(e_2)$ ——标准硅粉样品引入的标准不确定度，°。

C.2.2 不确定来源

不确定来源包含测量重复性引入的标准不确定度 $u(e_1)$ 和标准硅粉样品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.2.3 标准不确定度评定

C.2.3.1 标准硅粉样品 2θ 角测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(\delta 2\theta_1)$

标准硅粉样品 2θ 角测量重复性引入的标准不确定度通过多次重复测量进行评定。在相同条件下，对硅粉标准样品的 S_i (220) 晶面 2θ 角重复测量七次，测量数据见表 C.1。

表 C.1 标准硅粉的 (220) 晶面 2θ 角示值重复测量数据

测试次数	1	2	3	4	5	6	7
Si (220) 衍射角/°	6.1661	6.1687	6.1670	6.1665	6.1665	6.1675	6.1660

按式 (C.2) 计算测量实验标准偏差。

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

式中:

$s(2\theta)$ —— 2θ 角度测得值的标准偏差, °;

$2\theta_i$ —— 2θ 角的单次测量值, °;

$\bar{2\theta}$ —— 2θ 角的平均测量值, °;

n ——测量次数, 次。

根据测量七次获得的数据, 得到 2θ 轴角度重复性测量实验的标准偏差为 0.000 877 °; 则测量重复性引入的标准不确定度为:

$$u_1(\delta 2\theta_1) = \frac{s(2\theta_i)}{\sqrt{m}} = \frac{s(2\theta_i)}{\sqrt{7}} = 0.000331$$

C.2.3.2 标准硅粉样品晶格常数不确定度引入的标准不确定度 $u_2(\delta 2\theta_2)$ 。

标准硅粉样品 2θ 角偏差引入的标准不确定度按 B 类评定, 根据硅粉标准样品晶格常数不确定度 0.000008 nm, 得到 Si (220) 晶面的晶面间距不确定度 0.00000282 nm, 则硅粉标准样品引入的标准不确定度 $u_2(\delta 2\theta_2)$ 为 0.000 045 86 °。

C.2.4 合成标准不确定度 $u_c(\delta 2\theta)$

按公式 (C.1) 计算合成标准不确定度 $u_c(\delta 2\theta)$ 为:

$$u(\delta 2\theta) = \sqrt{u_1^2(\delta 2\theta) + u_2^2(\delta 2\theta)} = \sqrt{0.000331^2 + 0.00004586^2} = 0.000334$$

C.2.5 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$, 则扩展不确定度为:

$$U_k(\delta 2\theta) = k \cdot u_c(\delta 2\theta) = 0.000668$$

C.3 晶面间距不确定度

C.3.1 测量模型

晶面间距由布拉格公式 (1) 计算, 主要影响因素是衍射角度、硅粉标准样品晶面间距误差和射线源波长误差。其测量不确定度可用下式表示:

$$u(d) = \sqrt{\left(\frac{\partial d}{\partial \lambda}\right)^2 u(\lambda)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial \theta}\right)^2 u(\theta)^2} \quad (\text{C.3})$$

针对同一个样品的同一个部位, 温度也影响晶面间距的测量不确定度, 因此晶面间距的不确定度表示为:

$$u(d) = \sqrt{\left(\frac{\partial d}{\partial \lambda}\right)^2 u(\lambda)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial \theta}\right)^2 u(\theta)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial T}\right)^2 u(T)^2} \quad (\text{C.4})$$

式中:

λ ——X 射线波长, nm;

θ ——衍射角度的一半, °;

T ——测试温度, °C。

C.3.2 不确定来源

不确定度来源包括标准硅粉样品 2θ 角测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(\delta 2\theta)$, 标准硅粉样品晶格常数不确定度引入的晶面间距测试标准不确定度 $u_2(\delta \theta_s)$, 射线源波长不确定度引入的晶面间距测试标准不确定度 $u_3(\delta \lambda)$ 和校准时温度变化引入的晶面间距不确定度 $u_4(\delta T)$ 。

C.3.3 标准不确定度评定

C.3.3.1 标准硅粉样品 2θ 角测量重复性引入的标准不确定度 $u_1(\delta 2\theta)$

按照表 C.1 计算 2θ 角测量重复性引入的晶面间距标准不确定度为:

$$u_1(\delta 2\theta_1) = \frac{s(2\theta_i)}{\sqrt{m}} = \frac{s(2\theta_i)}{\sqrt{7}} = 0.00001043 \text{ nm}$$

C.3.3.2 标准硅粉样品晶格常数不确定度引入的晶面间距测试标准不确定度 $u_2(\delta \theta_s)$

Si 标准硅粉样品晶格常数标准不确定度按 B 类评定。根据硅粉标准样品晶格常数不确定度 0.000 008 nm, 则 Si (220) 晶面的晶面间距不确定度为:

$$u_2(\delta \theta_s) = 0.000 002 82 \text{ nm}。$$

C.3.3.3 射线源波长不确定度引入的晶面间距测试标准不确定度 $u_3(\delta \lambda)$

由于特征谱线强度显著高于连续谱线, 射线源波长引入的不确定可忽略不计。

C.3.3.4 校准时温度变化引入的晶面间距不确定度 $u_4(\delta T)$

温度不确定度对 d 的不确定度的贡献与材料的热膨胀系数 α 成正比。在校准过程中, 温度变化为 2°C, 则造成的 Si (220) 晶面间距变化量为:

$$2 \times 2.4 \times 10^{-6} \times 0.5431144 / \sqrt{8} = 0.000009216 \text{ nm}。$$

C.3.4 合成标准不确定度 $u_c(\delta 2\theta)$

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

$$u(d) = \sqrt{u_1^2(\delta \theta) + u_2^2(\delta \theta_s) + u_4^2(\delta T)} = 0.0000142011 \text{ nm}$$

C.3.5 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$, 则扩展不确定度为:

$$U_k(\delta d) = k \cdot u(d) = 0.0000284023 \text{ nm}$$

中华人民共和国工业和信息化部
军工民品计量技术规范
短波长特征 X 射线衍射仪校准规范
JJF (军工民品) 0026—2023
版权所有 不得翻印