



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 629—1989

多晶 X 射线衍射仪

Polycrystalline X-ray Diffractometer

1989 - 08 - 15 发布

1990 - 06 - 15 实施

国家技术监督局 发布

多晶 X 射线衍射仪检定规程

Verification Regulation for

Polycrystalline X-ray Diffractometer

JJG 629—1989

本检定规程经国家技术监督局于 1989 年 08 月 15 日批准，并自 1990 年 06 月 15 日起施行。

归口单位：上海市技术监督局

起草单位：上海市测试技术研究所

本规程技术条文由起草单位负责解释

本规程主要起草人：

孙明棟 （上海市测试技术研究所）

参加起草人：

张龙生 （上海市测试技术研究所）

李清华 （上海市测试技术研究所）

吴桂远 （丹东射线仪器工业公司）

目 录

一 概述	(1)
二 技术要求	(1)
三 检定条件	(2)
四 检定项目和检定方法	(3)
五 检定结果处理和检定周期	(6)
附录 1 检定证书及检定结果通知书 (背面) 格式	(7)
附录 2 检定记录格式	(8)
附录 3 测角仪 2θ 角单向测角准确度用标准物质检定的方法	(11)
附录 4 标准物质	(12)
附录 5 格拉布斯 (Grubbs) 准则	(13)

多晶 X 射线衍射仪检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的多晶 X 射线衍射仪（以下简称仪器）的检定。

一 概 述

多晶 X 射线衍射仪是用粒子探测器探测和记录 X 射线在多晶聚集体上产生衍射的大型精密分析仪器。它用来研究、测量粉末结晶体的物质结构、点阵常数、物相组成、晶粒大小及分布、结晶程度、微观应力、织构等结构参数。该类仪器广泛应用于地质、冶金、机械、化工、环保等领域的科学研究和质量检测。

本规程的检定对象是封闭式 X 射线管的 X 射线发生器，以机械测角仪测量衍射角，使用粒子探测器进行 X 射线强度测量的多晶（粉末）X 射线衍射仪（见图 1）。

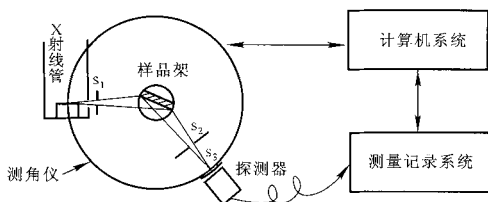


图 1 X 射线衍射仪构成示意图

二 技 术 要 求

技术要求见表 1。

表 1

序号	项 目	要 求
1	X 射线发生器部分 管电压保护装置	管电压超过额定电压值 $1 \sim 3$ kV 时，自动切断高压
2	过负荷保护装置	超过额定功率时，自动切断高压
3	冷却水保护装置	冷却水流速低于 3.5 L/min 时，自动切断高压
4	X 射线散射剂量	吸收剂量率不大于 2×10^{-5} Gy/h

表 1 (续)

序号	项 目	要 求
5	管电压和管电流稳定度	A 级 $\pm 0.02\%$ (6 h) B 级 $\pm 0.05\%$ (6 h) C 级 $\pm 0.1\%$ (6 h)
6	测角仪部分 θ 角和 2θ 角单向测角准确度	A 级优于 0.01° B 级优于 0.02° C 级优于 0.05°
7	θ 角和 2θ 角单向测角复现性	A 级优于 0.002° B 级优于 0.004° C 级优于 0.01°
8	测量记录部分	
a	探测器能谱分辨率	优于 20% (CuK α 辐射)
b	闪烁探测器能谱分辨率	优于 55% (CuK α 辐射)
9	整机要求 仪器综合稳定度	A 级优于 $\pm 1\%$ (6 h) B 级优于 $\pm 2\%$ (6 h) C 级优于 $\pm 3\%$ (6 h)
10	仪器分辨率	$\alpha - \text{SiO}_2$ 块状多晶或粉末标准物质, CuK α 辐射, 2θ 角在 $67 \sim 69^\circ$ 之间的 5 条衍射 峰清晰可见。其 (212) 晶面的 $K\alpha_2$ 峰高 H 和 (212) 晶面的 $K\alpha_1$ 和 $K\alpha_2$ 之间的峰谷 h 之比的倒数值不大于 60%
11	仪器 2θ 角单向测角重复性	A 级优于 0.002° B 级优于 0.005° C 级优于 0.02°

三 检 定 条 件

1 检定用设备 (见表 2)

表 2

序号	检 定 用 设 备	主 要 技 术 要 求
1	伦琴计 (毫伦计)	测量误差不大于 $\pm 1\%$
2	七位数字电压表 (或高阻抗记录仪)	读数精确度优于 $\pm 0.006\%$
3	经纬仪 (或 36 面棱体) 和测高计	读数精确度优于 $1''$
4	块状多晶或粉末 Si 标准物质	见附录 4
5	块状多晶或粉末 $\alpha\text{-SiO}_2$ 标准物质	见附录 4

2 检定环境条件

2.1 单相交流: 电压电源 $(220 \pm 22) \text{ V}$ [稳定度测量时 $(220 \pm 5) \text{ V}$];

频率 $(50 \pm 0.5) \text{ Hz}$;

功率 不小于 8 kW 。

2.2 冷却水: 水压 20 Pa 以上;

流量 不低于 3.5 L/min 。

2.3 环境温度: $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ [稳定度测量时 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$]。

2.4 相对湿度: 不大于 80% 。

四 检定项目和检定方法

3 管电压保护装置的检查

在 X 射线管经老练后, 启动仪器, 待仪器预热完毕后, 启动高压开关, 使管电压缓慢上升, 当管电压超过额定电压值 $1 \sim 3 \text{ kV}$ 时, 应使高压切断。

4 过负荷保护装置的检查

将管电压和管电流调节旋钮回复到零位, 功率选择旋钮分别设定在各个分挡, 重新启动仪器, 管电压和管电流分别升高到每挡的额定功率, 应都能使高压切断 (最大功率的设定, 应在 X 射线管的额定功率范围之内)。

5 冷却水保护装置的检查

降低水流量到 3.5 L/min 以下时, 高压不能启动。

6 X 射线散射剂量的检查

开启仪器, 使仪器功率达到 X 射线管额定功率的 80% 左右, 用伦琴计测量在防护装置外各个区域的 X 射线散射剂量。

7 管电压和管电流稳定度的检定

将七位数字电压表接在管电压测量采样点上, 接通电源 (外电路电网不允许有高频等干扰), 启动仪器和调整数字电压表。CuK α 辐射, 设定 80% 满功率条件下 (应不超过 X 射线管额定功率的 80%), 仪器稳定 3 h 后, 每隔 5 min 测量一次, 连续测量 6 h , 管电压和管电流稳定度 S 取其中最大测量值 $X_{\max}$ 和最小测量值 $X_{\min}$ 之差的一半的相对误差表示。

$$S = \pm \frac{X_{\max} - X_{\min}}{X_{\max} + X_{\min}} \times 100\% \quad (1)$$

注：(1) 用数字电压表测量时，异常值根据格拉布斯 (Grubbs) 准则， $\alpha = 0.05$ 予以剔除。

(2) 也可采用测量精确度相当的高阻抗记录仪用补偿法测量。

8 测角仪 θ 角单向测角准确度的检定

将经纬仪或 36 面棱体安装在 θ 轴上，调整好测角仪水平和使 θ 角处于零位，以距离测角仪 3 m 以外的平行光管零线为基准，调整好经纬仪零位。以测角仪任一角度为测量角，用计算机（或微机）操纵仪器，测量范围从 $0 \sim 160^\circ$ ，测角速度大于 $30^\circ/\text{min}$ 。启动测角仪，每隔 5° 测量一次，取其中测量最大误差 $\Delta\theta_{\max}$ 表示。

9 测角仪 θ 角单向测角复现性的检定

测角工具的安装、调整和测角速度同 8 条。分别启动测角仪从 $0^\circ-10^\circ-0^\circ$ ， $0^\circ-15^\circ-0^\circ$ ， $\dots$ ， $0^\circ-55^\circ-0^\circ$ 。单向回零，每隔 5° 测量一次， θ 角单向测角复现性以 3 倍标准偏差 (3σ) 表示。

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (2)$$

式中： X ——每次测量值；

$\bar{X}$ ——测量平均值；

n ——测量次数 ($n = 10$ 次)。

10 测角仪 2θ 角单向测角准确度的检定

将经纬仪或 36 面棱体安装在 2θ 轴套上，调整、测量和误差的表示同 8 条。

11 测角仪 2θ 角单向测角复现性的检定

将经纬仪或 36 面棱体安装在 2θ 轴套上，调整和测角速度同 8 条。分别启动测角仪从 $0^\circ-30^\circ-0^\circ$ ， $0^\circ-35^\circ-0^\circ$ ， $\dots$ ， $0^\circ-75^\circ-0^\circ$ 。单向回零，每隔 5° 测量一次， 2θ 角单向测角复现性的表示同 9 条。

12 探测器能谱分辨率的检定

将块状多晶或粉末 Si 标准物质安装在样品架上，CuK α 辐射，Ni 滤波片，发散狭缝和散射狭缝 1° ，接收狭缝 $0.1 \sim 0.15$ mm。调整 $2\theta = 28.44^\circ$ 的 Si (111) 晶面 K α_1 衍射强度为计数率满度值的 80% 左右，启动能谱分辨率扫描机构，得到图 2 的能谱图。能谱分辨率 E_R 根据式 (3) 计算。

$$E_R = \frac{W}{V_P} \times 100\% \quad (3)$$

式中： W ——能谱峰半高宽，V；

V_P ——平均脉冲高度，V。

13 仪器分辨率的检定

将粒级 $< 20 \mu\text{m}$ 的块状多晶或粉末 $\alpha\text{-SiO}_2$ 标准物质安装在样品架上。测量条件为：线焦点 $0.1 \times 10 \text{ mm}^2$ CuX 射线管，X 射线取出角为 6° ，Ni 滤波片，发散狭缝和散射狭缝 1° ，接收狭缝 $0.1 \sim 0.15$ mm，扫描速度 $1^\circ/\text{min}$ ，用记录仪记录的情况下，时间常数 1 s，扫描范围 $2\theta = 67 \sim 69^\circ$ ，调整 (203) 晶面衍射强度为计数率满度值的 50% 左右，用计算

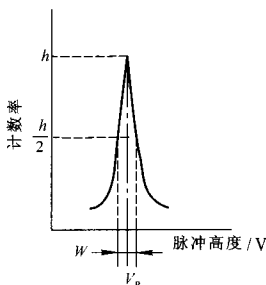
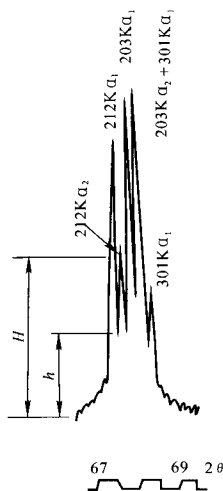


图 2 能谱图

机或记录仪显示。得到图 3 的衍射图 (如用计算机数字显示, 可用相应的方法计算)。以 (212) 晶面 $K\alpha_2$ 峰高 H 和 (212) 晶面 $K\alpha_1$ 与 $K\alpha_2$ 之间的峰谷 h 之比值的倒数为仪器的分辨率 D , D 根据式 (4) 计算。

$$D = \frac{h}{H} \times 100\% \quad (4)$$

图 3 α - SiO_2 衍射图

14 仪器综合稳定度的检定

用块状多晶或粉末 Si 或 α - SiO_2 标准物质的 (111) 或 (101) 晶面衍射, $\text{CuK}\alpha$ 辐射, Ni 滤波片, 发散狭缝 2° 、散射狭缝 4° 、接收狭缝 $> 0.3 \text{ mm}$, 额定功率大于 60%, 保持

衍射角不变,采用定时计数法,累计计数率 1×10^4 次/s,定时时间 200 s,仪器稳定 2 h 后,用计算机每隔 5 min 记录一次计数率,连续测量 6 h。综合稳定度的表示同 7 条。

15 仪器 2θ 角单向测角重复性的检定

CuK α 辐射, Ni 滤波片,发散狭缝和散射狭缝 1° ,接收狭缝 0.1 ~ 0.15 mm,调整 Si (111)晶面或 α -SiO₂ (101) 晶面衍射强度在计数率满度值 90%左右。重复 10 次测量 Si (111)或 α -SiO₂ (101) 晶面衍射角。仪器 2θ 角单向测角重复性以 3 倍标准偏差 (3σ) 表示。计算同 9 条。

注:以上检定项目,对新制造的仪器的检定按规程项目全部进行。除此之外的检定按规程中第 3, 4, 5, 10, 12, 13, 14, 15 条进行。其中第 10 条的检定方法见附录 3。

五 检定结果处理和检定周期

16 按本规程检定合格的仪器,发给检定证书。检定不合格的仪器,发给检定结果通知书。

17 检定周期一般不得超过 2 年。送检时应附带上一次检定证书。

附录 1

检定证书及检定结果通知书（背面）格式

序 号	检定（检查）项目	检 定 结 果
1	管电压保护装置	
2	过负荷保护装置	
3	冷却水保护装置	
4	X 射线散射剂量	
5	管电压和管电流稳定度	
6	测角仪 θ 角单向测角准确度	
7	测角仪 2θ 角单向测角准确度	
8	测角仪 θ 角单向测角复现性	
9	测角仪 2θ 角单向测角复现性	
10	探测器能谱分辨率	
11	仪器综合稳定度	
12	仪器分辨率	
13	仪器 2θ 角单向测角重复性	

附录 2

检定记录格式

表 1 检 查 记 录

序 号	检 查 项 目	检 查 结 果
1	管电压保护装置	
2	过负荷保护装置	kV 挡
		kV 挡
		kV 挡
		kV 挡
3	冷却水保护装置	
4	X 射线散射剂量	
检 定 人 员 检 定 日 期		年 月 日

表 2 管电压和管电流稳定度检定记录

检定工具		
检定条件	铜 X 射线管	kV mA
	电网电压	
	室温	
	水温	
技术要求		
计算方法	$S = \pm \frac{X_{\max} - X_{\min}}{X_{\max} + X_{\min}} \times 100\%$	
检定结果	管电压稳定度	管电流稳定度
结 论		
检定人员 检定日期	年 月 日	

检定数据附后。

表 3 单向测角检定记录

检定工具				
室 温				
测角速度				
检定项目	测角准确度		测角复现性	
	θ 角	2θ 角	θ 角	2θ 角
技术要求				
检定结果				
结 论				
检定人员 检定日期	年 月 日			

检定数据附后。

表 4 探测器能谱分辨率检定记录

探 测 器			
检定条件	CuK α 辐射 Ni 滤波片	kV	mA
	计数率 (峰顶值)	cPs	
	时间常数	s	
	标准物质	$2\theta =$	
技术要求			
计算方法	$E_R = \frac{W}{V_P} \times 100\%$		
检定结果			
结 论			
检定人员 检定日期	年 月 日		

检定数据附后。

表 5 整机检定记录

检 定 项 目			分 辨 率	综合稳定度	2 θ 角测角 重复性
标准物质					
检 定 条 件	Cu X 射线管 Ni 滤波片	管压			
		管流			
	发散狭缝				
	散射狭缝				
	接收狭缝				
	计 数 率				
	定时时间				
	时间常数				
	扫描速度				
	电网电压				
室 温					
技术要求					
检定结果			$h =$		
			$H =$		
			$D =$		
结 论					
检定人员 检定日期		年 月 日			

检定数据附后。

附录 3

测角仪 2θ 角单向测角准确度
用标准物质检定的方法

将块状多晶或粉末 $\alpha\text{-SiO}_2$ 或 Si 标准物质安装在样品架上。测量条件为：CuK α 辐射，Ni 滤波片，发散狭缝和散射狭缝 1° ，接收狭缝 $0.1 \sim 0.15 \text{ mm}$ ，扫描速度 $2^\circ/\text{min}$ ，时间常数 2 s ，用记录仪或计算机显示 $2\theta = 20 \sim 120^\circ$ 之间的高、中、低衍射角度的衍射线。如用 $\alpha\text{-SiO}_2$ 标准物质可取 (100) ， (110) ， (200) ， (211) ， (312) ， (321) ， (134) 晶面衍射线，求出各衍射线的衍射角，并以 $2\theta = 75^\circ$ 附近的衍射线为基准角进行衍射角的“零点”校准。取各衍射角与“零点”的最大误差 $\Delta 2\theta_{\max}$ 表示。

附录 4

标准物质

标准物质* 采用 Si 和 α -SiO₂ 块状多晶或粉末标准物质。

标准物质技术要求的参考数据

项 目	Si 标准物质	α -SiO ₂ 标准物质
纯 度	99.99%	99.99%
粒 级	$< 10 \mu\text{m}$	$< 20 \mu\text{m}$
点阵常数	$a = 5.430\,8 \text{ \AA}^{**}$ $\sigma = \pm 0.000\,1 \text{ \AA}$	$a = 4.913\,1 \text{ \AA} \quad \sigma_{(a)} = \pm 0.000\,1 \text{ \AA}$ $c = 5.405\,1 \text{ \AA} \quad \sigma_{(c)} = \pm 0.000\,1 \text{ \AA}$
* 检定用的 Si 和 α -SiO ₂ 标准物质应符合本规程要求，并经国家技术监督局批准发布。		
** $\text{\AA}$ 为非法定计量单位， $1 \text{ \AA} = 0.1 \text{ nm}$ 。		

附录 5

格拉布斯 (Grubbs) 准则

对某量等权单独测量, 测得值 $X_1, \dots, X_n$, 如果某个测量值 X_i 的残余误差 u_i 满足下式:

$$|u_i| > \lambda(\alpha, n) \hat{\sigma} \quad (1)$$

则认为 X_i 是含有粗大误差的异常值, 应予以剔除。

$$\hat{\sigma} = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (2)$$

 $\lambda(\alpha, n)$ 值列表

n	$\alpha = 0.01$	$\alpha = 0.05$	n	$\alpha = 0.01$	$\alpha = 0.05$
3	1.15	1.15	17	2.78	2.47
4	1.49	1.46	18	2.82	2.50
5	1.75	1.67	19	2.85	2.53
6	1.91	1.82	20	2.88	2.56
7	2.10	1.94	21	2.91	2.58
8	2.22	2.03	22	2.94	2.60
9	2.32	2.11	23	2.96	2.62
10	2.41	2.18	24	2.99	2.64
11	2.48	2.24	25	3.01	2.66
12	2.55	2.29	30	3.10	2.74
13	2.61	2.33	35	3.18	2.81
14	2.66	2.37	40	3.24	2.87
15	2.70	2.41	50	3.34	2.96
16	2.74	2.44			