

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 11144—202X

代替 JB/T 9400—2010, JB/T 11144—2011

无损检测仪器 X 射线衍射仪

Non-destructive testing instruments—X-ray diffractometer

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替JB/T 9400—2010《X射线衍射仪 技术条件》和JB/T 11144—2011《X射线衍射仪》。本文件以JB/T 11144—2011为主，整合了JB/T 9400—2010的内容。与JB/T 11144—2011相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除测量系统的计数稳定度测试指标项
- 增加全谱范围内的峰角度偏差测试指标项
- 散漏射线的空气比释动能率不应超过 $2.5\mu\text{Sv}\cdot\text{h}^{-1}$ ($2.5\mu\text{Gy}\cdot\text{h}^{-1}$)修改为不应超过 $1\mu\text{Sv}\cdot\text{h}^{-1}$ ($1\mu\text{Gy}\cdot\text{h}^{-1}$)，同国际标准一致。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件由全国试验机标准化技术委员会（SAC/TC122）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1989年首次发布为ZB N33 011；
- 1999年第一次修订，标准号修改为JB/T 9400，2010年第二次修订；
- 本次为第三次修订，并入JB/T 11144—2011《X射线衍射仪》的内容（JB/T 11144—2011代替文件的历次版本发布情况为：本次为首次修订）。

无损检测仪器 X 射线衍射仪

1 范围

本文件规定了X射线衍射仪的技术要求，描述了相应的试验方法，规定了标志、包装、运输和贮存等内容。

本文件适用于 $\theta-2\theta$ 、 $\theta-\theta$ 测角仪结构的X射线衍射仪的制造。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 191 包装储运图示标志

GB 3100 国际单位制及其应用

GB 18871 电离辐射防护与辐射源安全基本标准

GBZ 115 X 射线衍射仪和荧光分析仪卫生防护标准

GB/T 1184 形状和位置公差 未注公差

GB/T 15464 仪器仪表包装通用技术条件

GB/T 25480 仪器仪表运输、贮存基本环境条件及试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

衍射角 2θ diffraction angle

入射X射线的延长线与衍射线之间夹角是 2θ 角，即衍射峰位角。

3.2

射线束 ray beam

射线束是指一束由同一方向、同一频率、相干相位的光线组成的光束。

3.3

射线强度 diffractive intensity

单位时间内通过与射线方向垂直的单位面积的X射线能量总和。

3.4

晶面 crystal plane

衍射谱图中每一条衍射峰都对应着晶体中的一个晶面，这些晶面的排列方式构成了晶体的晶体结构。

3.5

衍射角度分辨率 diffractive resolution

对样品分开相邻两条峰的分辨能力。

4 技术要求

4.1 工作环境

X射线衍射仪（以下简称衍射仪）的工作环境应满足以下要求：

- a) 环境温度： $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ；
- b) 相对湿度：30%～80%RH；
- c) 电源电压： $220\text{V} \pm 22\text{V}$ ；
- d) 电源频率： $50\text{Hz} \pm 1\text{Hz}$ ；
- e) 供电电源容量不低于整机额定功率的2倍；
- f) 接地电阻小于 4Ω ；
- g) 衍射仪供电线路中不应有机床、电焊机、高频电炉等设备引起的高频和电弧干扰；
- h) 冷却水质符合X射线管标准的要求；
- i) 周围环境不应有易燃和腐蚀性气体，尘土及震动。

4.2 性能要求

衍射仪具备以下基本功能：

- a) 应具有控制参数设定、数据采集、衍射数据处理功能
- b) 应具有自动校准功能和故障处理措施；
- c) X射线发生器管电压、管电流设定值应等于或小于整数位；
- d) 应具有扩充使用各种功能附件，包括换样器、三轴转台、高低温原位等。

4.3 技术要求

4.3.1 衍射角的分辨率应满足以下要求：

- a) $\alpha\text{-SiO}_2$ 标准样品，能分开 2θ 角在 $67^{\circ} \sim 69^{\circ}$ 范围内的 $122K\alpha_1$ 、 $122K\alpha_2$ 、 $203K\alpha_1$ 、 $301K\alpha_1$ 、 $301K\alpha_2$ 五条峰，而且122晶面 $K\alpha_1$ $K\alpha_2$ 间峰谷强度值与 $K\alpha_2$ 强度值比不大于60%；
- b) Si标准样品，能分开111晶面 $K\alpha_1$ $K\alpha_2$ 两条峰，而且111晶面的 $K\alpha_1$ $K\alpha_2$ 间峰谷强度值与 $K\alpha_2$ 强度值比不大于95%。

4.3.2 2θ 角度重复精度小于 0.003° 。

4.3.3 全谱范围内的峰角度偏差小于 $\pm 0.03^{\circ}$ 。

4.3.4 衍射强度综合稳定度小于1%。

4.3.5 管电流和管电压的稳定度小于0.03%。

4.3.6 测量系统的时间分辨率小于 $0.5\mu\text{s}$ 。

4.3.7 计数器能量分辨率：正比计数器小于25%，闪烁计数器小于60%。半导体探测器及其它类型探测器，以供厂商提供指标为准。

4.3.8 计数器高压稳定度小于0.03%。

4.3.9 测角仪各轴圆跳动公差按GB/T 1184中有关条款选择五级。

4.3.10 测角仪各转角单向重复精度小于 0.001° 。

4.3.11 测角仪各转角单向累积误差小于 0.01° 。

4.3.12 高压发生器中的低压端对地绝缘电阻不低于 $1\text{M}\Omega$ 。

4.3.13 高压发生器中的高压部件对地绝缘电阻不低于 $1000\text{M}\Omega$ 。

5 安全和防护要求

5.1 安全措施和警告标志

5.1.1 安装有急停开关，发生意外时应迅速切断电源。

5.1.2 出现下列情况之一时，应自动切断X射线管的管电压、管电流：

- a) 运行时管电压、管电流、运行功率超过设定值5%时；
- b) 无管电压、管电流、无冷却水、过功率等。

5.1.3 有射线束打开、关闭状态指示灯，当射线束打开时，状态指示灯点亮。

5.1.4 警告标识，在衍射仪外部直观位置按GB 18871规定印制或是粘贴放射性标志。

5.2 X射线防护

- 5.2.1 衍射仪运行时,人体的任何部位都不应进入防护装置内部。
- 5.2.2 X射线束与防护装置应有联锁开关。当防护装置打开时,即关闭射线束、X射线发生器管电压、管电流降至起始值或是关断。
- 5.2.3 额定功率 60%运行时,在下列位置散漏射线的空气比释动能率均不应超过 $1\mu\text{Sv}\cdot\text{h}^{-1}$ ($1\mu\text{Gy}\cdot\text{h}^{-1}$):
- 打开射线防护装置,人体可以达到的距关闭射线束外表面 5cm 的位置;
 - 在打开射线束时,距离防护装置表面 5cm 的任何位置。

6 试验条件和仪器仪表

6.1 试验条件

除特殊说明外,试验环境应满足 4.1 的要求。

6.2 试验用仪器仪表

试验用仪器仪表包括以下内容:

- 精度等级不低于 0.5 级的交、直流电压和电流表;
- 量程 500V 和 2500V 兆欧表;
- 精确度不低于 $\pm 0.006\%$ 的七位数字电压表;
- 精确度不低于 $\pm 10\%$ 的伦琴计(毫伦计);
- 精确度不低于 $2''$ 的经纬仪或 0 级 36 面体;
- 高精度千分表;
- 不小于 $1200\times 1500\text{mm}$ 零级平台;
- 频率在 5MHz 以上的脉冲信号发生器;
- 不低于 60MHz 双踪示波器。

7 试验方法

指标项测试时选用线性探测器如正比、闪烁,半导体探测器需选用 0D 方式进行测试。

7.1 衍射角分辨率测定

7.1.1 测试条件

衍射角分辨率测试条件应满足以下要求:

- 焦点为 $1\times 12\text{mm}$ 的铜靶 X 射线管;
- 管电压、管电流正常运行设定值;
- 狭缝条件(衍射圆半径 185mm 时,其它半径可以适当改变狭缝尺寸):
 - $\alpha\text{-SiO}_2$ 发散狭缝 1° 、散射狭缝 1° 、接收狭缝不大于 0.15mm;
 - Si 发散狭缝 $1/2^\circ$ 、散射狭缝 $1/2^\circ$ 、接收狭缝不大于 0.1mm;
- 扫描方式:连续或是步进扫描,步进角度不大于 0.02° ,速度不大于 $2^\circ/\text{min}$;
- $\alpha\text{-SiO}_2$ 、Si 标准样品。

7.1.2 测量与计算方法

$\alpha\text{-SiO}_2$ 样品 2θ 角测量范围 $67\text{--}69^\circ$ 、Si 样品测量范围 $28\text{--}29^\circ$ 。

衍射角分辨率按公式(1)计算:

$$D = (h/H) \times 100\% \quad (1)$$

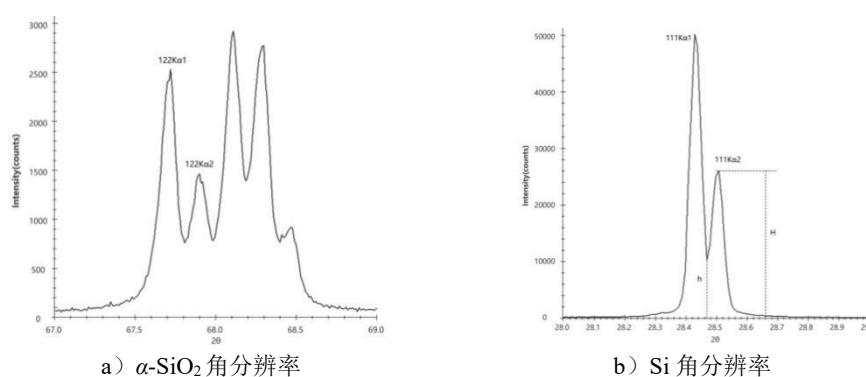
式中:

D ——衍射角分辨率;

h ——衍射面的 $K\alpha_1$ 和 $K\alpha_2$ 之间的峰谷强度;

H ——衍射面的 $K\alpha_2$ 峰强度。

$\alpha\text{-SiO}_2$ 角分辨率和 Si 角分辨率如图 1 所示。

图1 α -SiO₂角分辨率和 Si 角分辨率

7.2 2θ 角重复精度测定

7.2.1 测试条件

2θ 角重复精度测定测试条件应满足以下要求:

- Si 标准样品 (111) 晶面;
- 管电压、管电流正常运行设定值;
- 狭缝: 发散狭缝 1° , 散射狭缝 1° , 接收狭缝 0.2mm;
- 连续或是步进扫描, 步进角度不大于 0.02° , 速度不大于 $2^\circ/\text{min}$ 。

7.2.2 测量和计算方法

2θ 角度(111 晶面)测量范围不小于 1° , 重复测量 10 次, 取 2θ 角度最大值与最小值的差值为 2θ 角度重复精度。

7.3 全谱范围内的峰角度偏差

7.3.1 测试条件

全谱范围内的峰角度偏差测试条件应满足以下要求:

- Si 标准样品;
- 管电压、管电流正常运行设定值;
- 连续或是步进扫描, 步进角度不大于 0.02° , 速度不大于 $2^\circ/\text{min}$ 。

7.3.2 测量和计算方法

2θ 角度测量范围 20° – 140° , 寻峰计算每个晶面的 2θ 角度值与标准卡片 2θ 角度差值为峰角度偏差。

7.4 衍射强度综合稳定度测量

7.4.1 测量条件

衍射强度综合稳定度测试条件应满足以下要求:

- 环境温度: $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$;
- 铜靶 X 射线管;
- 管电压、管电流正常运行设定值;
- 样品: 石墨 100 晶面。

7.4.2 测量与计算方法

7.4.2.1 整机预热时间 4 小时, 测量时间 8 小时。

7.4.2.2 调整狭缝宽度, 每次采样计数值大于 1×10^5 。

7.4.2.3 每 200 秒分别记录一次采样值, 共记录 144 次测量结果。

7.4.2.4 计算方法如下:

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\varepsilon = \frac{t\sigma}{\bar{X}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

σ ——标准偏差;

n ——测量次数;

$\bar{X}$ —— n 次测量的平均值;

X_i ——第 i 次测量值;

t ——置备系数, $t=1$;

ε ——相对偏差, 即稳定度。

7.5 管电压、管电流稳定度的测定

7.5.1 测量条件

管电压、管电流稳定度测试条件应满足以下要求:

- a) 环境温度: $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;
- b) 管电压设定不低于额定值 60%, 管电流设定不低于额定值 60%。

7.5.2 测量与计算方法

7.5.2.1 整机预热时间 4 小时, 测量时间 8 小时。

7.5.2.2 管电压、管电流测量点是高压发生器中, 管电压、管电流取样电阻两端的电压值。

7.5.2.3 每 200 秒分别记录一次管电压、管电流的测量值, 共分别记录 144 次测量结果。

7.5.2.4 计算方法如下:

按公式 (2) 和公式 (3) 计算管电压、管电流稳定度。

7.6 测量系统时间分辨率测定

将脉冲信号发生器输出端接到衍射仪放大器单元的输入端, 示波器连接到放大器单元输出端, 调节脉冲信号发生器的输出频率及输出电压幅度, 示波器的脉宽为测量系统时间分辨率。

7.7 计数器能谱分辨率测量

7.7.1 测量条件

计数器能谱分辨率测试条件应满足以下要求:

- a) 铜靶 X 射线管, 加镍滤片;
- b) 管电压、管电流正常运行设定值;
- c) Si 标准样品 111 晶面。

7.7.2 测量与计算方法

7.7.2.1 放大器放大倍数和计数器高压按最佳条件选定。

7.7.2.2 将放大器的道宽设定为固定值, 从低端线性改变基限值至最大, 绘制能谱扫描曲线。

7.7.2.3 计算方法如下:

$$E_R = W/V_P \dots\dots\dots (1)$$

式中:

E_R ——能量分辨率;

W ——能量峰半高宽;

V_P ——能量峰顶值。

计数器能谱分辨率能谱扫描曲线如图 2 所示。

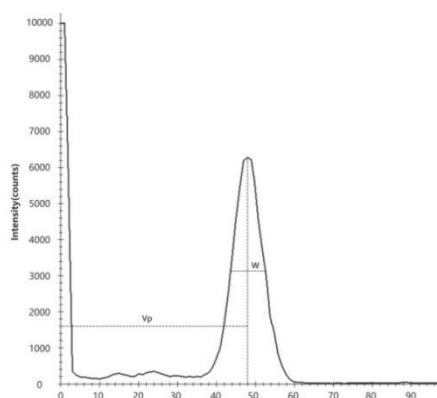


图2 计数器能谱分辨率能谱扫描曲线

7.8 计数器高压稳定度测定

7.8.1 测量条件

计数器高压稳定度测试环境温度： $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

7.8.2 测量与计算方法

7.8.2.1 用偏差为0.01%的精密绕线电阻组成负载，调整计数器高压至工作电压，用七位数字电压表测负载上电压。

7.8.2.2 预热时间4小时，测量时间8小时。

7.8.2.3 每200秒记录一次负载上电压测量值，共记录144次测量结果。

7.8.2.4 计算方法如下：

按公式(2)、公式(3)计算计数器高压稳定度。

7.9 测角仪各轴圆跳动误差测定

7.9.1 将千分表夹在专用表架上，千分表触头与测量轴接触，千分表压缩量为0.2mm左右，调整千分表至零位。

7.9.2 将测量轴旋转 360° ，读取千分表指示的最大值与最小值的差值为测量轴圆跳动误差。

7.10 测角仪各转角单向重复精度

7.10.1 将经纬仪或36面体安装在测角仪转角轴上，调整好测角仪主体水平，以经纬仪或36面体的零线为基准。

7.10.2 测角仪转角10度为测量角度，单向重复测量10次。

7.10.3 取经纬仪或36面体指示的最大与最小测量值差值为测角仪转角单向重复精度。

7.11 测角仪各转角单向累积误差的测定

7.11.1 将经纬仪或36面体经纬仪按7.10.1进行操作。

7.11.2 测角仪转角每转 10° 测一次，测量18次。

7.11.3 正、负极限偏差的绝对值之和为测角仪转角累积误差。

7.12 高压发生器的低压部件对地绝缘电阻的测定

将500V兆欧表接在高压发生器低压端和接地点进行测量。

7.13 高压发生器中的高压部件对地绝缘电阻

将2500V兆欧表接在高压发生器输出端和接地点之间进行测量。

7.14 射线空气比释动能率测定

7.14.1 测量条件

射线空气比释动能率测试条件应满足以下要求:

- a) 铜靶 X 射线管;
- b) 管电压设定不低于额定值 60%, 管电流设定不低于额定值 60%。

7.14.2 测量方法

7.14.2.1 关闭射线束, 进入防护装置内部, 测量距射线束出口 5cm 的位置。

7.14.2.2 关闭防护罩, 打开射线束, 测量距离防护装置表面 5cm 的任何位置。

8 检验规则

8.1 出厂检验

8.1.1 凡出厂产品应经企业质量检验部门按出厂检验项目逐项进行检验, 检验合格后方可出厂。

8.1.2 出厂检验应至少包括文件中 4.2.1、4.2.2、4.2.3、4.2.6、5.2.3 项目。

8.2 型式试验

8.2.1 批量生产的产品, 型式试验每年不应少于 1 次, 凡属下列情况之一者, 应按本文件的项目进行检验:

- a) 试制新产品时;
- b) 正式生产后其结构设计、工艺或材料改变而引起产品的主要性能改变时;
- c) 产品生产间断六个月以上再次投产时;
- d) 对批量生产的产品进行定期抽查时;
- e) 出厂检验结果与上次型式试验结果有较大差异时;
- f) 国家质量监督机构提出进行型式试验要求时。

8.2.2 型式试验项目按本文件的第 4 部分、第 5 部分全部项目进行检验。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

衍射仪应在主机适当的位置安装铭牌, 其内容应包括下列各项:

- a) 规格, 型号;
- b) 主要技术参数;
- c) 制造日期或编号;
- d) 制造企业名称及商标。

9.2 包装

9.2.1 衍射仪的包装检查应按 GB/T15464 中有关规定执行。

9.2.2 包装箱内应按 GB/T 25480 中规定的条件以保证包装质量。

9.2.3 包装箱外壁上文字和标识应清楚, 而且不应因搬运磨擦而模糊不清, 其内容包括下列各项:

- a) 产品名称;
- b) 收货单位和地址及电话;
- c) 发货单位和地址及电话;
- d) 包装箱应有“易碎物品”、“向上”、“怕雨”“禁止翻滚”等标志并符合 GB/T 191 规定的包装储运标识的图形和名称。

9.2.4 包装箱内应附有下列文件:

- a) 产品装箱单;
- b) 产品合格证;
- c) 产品说明书。

9.3 运输和储存

- 9.3.1 衍射仪的运输储存环境条件符合 4.1 的规定。
 - 9.3.2 运输时应防止震动和碰撞，并遵守包装箱外壁上文字和标识的规定。
 - 9.3.3 储存地点及周围环境不应含有腐蚀性气体，环境温度、空气相对湿度符合 4.1 条的规定。
-