**兵工民品行业计量技术规范项目建议书**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 建议项目名称 | | 短波长特征X射线衍射仪器校准规范 | | | | | | |
| 制定或修订 | | ■制定 □修订 | | | 被修订计量技术规号 | | / | |
| 计量技术规范性质 | | □检定规程  ■校准规范 | | | 计量技术规范类别 | | □重点  ■基础 | |
| 主要起草单位 | | 中国兵器工业第五九研究所 | | | | | | |
| 联系人 | | 窦世涛 | | | 联系电话 | | 18580749893 | |
| 任务年限 | | 2年 | | | 申请经费 | | 3万元 | |
| 参加单位 | | 5011计量站 | | | | | | |
| 目的、意义和必要性 | | **1.指出该计量技术规范项目编制的目的、意义，涉及行业的安全、环保、产业升级、绿色制造等方面，解决行业、产业的问题和必要性、迫切性；**  内部残余应力、织构等关系到材料工件的力学性能、成形性能、尺寸稳定性、耐腐蚀性能等多个方面。内部残余应力分布不当导致零部件在加工和服役过程中变形超差、服役寿命下降、应力腐蚀开裂等，内部织构分布不当导致材料工件去应力处理效果差、成形能力差、性能下降等不良影响，严重影响材料工件的研发生产。采用有效的无损检测方法获得材料工件内部残余应力、织构、物相等信息，对于提高材料工件的性能和服役可靠性有重要意义。  短波长特征X射线衍射技术是一种全新的内部应力、织构、物相等的无损检测分析方法，该技术和装置获得了中、美、英、法、德发明专利授权，填补了小型化仪器设备无损检测分析内部应力、织构、物相等的国内外空白。该技术仪器采用小型化X射线源、无强度衰减探测技术、先进光路技术等，具有无损、精度高、材料适用性广、理论成熟等特点，广泛应用于航空、航天、兵器、船舶、车辆等行业材料工件的无损检测分析。先进检测仪器及方法是关键基础材料、先进基础工艺等研发的重要检测技术基础，是我国由制造大国向制造强国转变的重要支撑。  短波长特征X射线衍射仪器的测试结果，主要受到衍射强度稳定性、XYZ轴位移运动精度、角度测量精度、探测器能量分辨力、光路系统精度等影响。射线强度不稳定、角度测量精度偏差较大、探测器能量分辨力误差大，导致衍射峰发生变化、角度测量误差大、衍射峰计算不准确等问题，进而导致晶面间距测试不准、应力测试误差大、织构测试结果不准确、物相分析结果不准确等偏差；光路系统偏差大、XYZ轴位移运动精度偏差较大将导致检测部位与实际检测部位不符，检测分析结果偏差较大。目前，保证该类仪器测试精度的主要方法是校准各器件、光路等的精度，保证得到良好的检测分析结果。  短波长特征X射线衍射仪器的校准对获取的检测分析结果有决定性的作用，但目前没有规范化的校准方法和指标，使得检测数据的可靠性和准确性无法得到有效保证，为保证短波长特征X射线衍射仪器的准确性和数据溯源性，规范仪器的校准工作，建立校准规范，规范行业校准依据势在必行。制订短波长特征X射线衍射仪器的校准规范，明确校准用标准样品、器具、校准方法、校准结果表达、示值误差不确定度评定等内容，保证仪器检测结果的可溯源性及对其进行有效校准。  **2.先进性和亮点、社会效益和推广应用前景；**  本校准规范是国内外首次提出对短波长特征X射线衍射仪器进行规范化的校准工作，规范和统一了仪器器件性能指标检测、标样制备方法、检测方法等方面的操作，保证了该检测分析仪器的准确性和数据溯源性。通过本规范的制定，行业内各使用单位将更加合理、科学的校准仪器，保证测试结果的准确性和一致性，为行业内科研、生产、学术交流等奠定基础，进一步推动该先进检测分析技术在相关领域的应用，具有良好的社会效益和经济效益。  **3.查新结果（国家、本行业或其他行业是否有相关技术规范）；**  目前检索到的JJG 629-2014 多晶X射线衍射仪、GB/T 7704-2017 无损检测 X射线应力测定方法等校准规范只针对低能量、表面X射线衍射分析仪器，在光路、角度范围、位移精度等与本仪器差距较大，相关计量特性不能覆盖短波长特征X射线仪，不适用于短波长特征X射线仪器的校准。 | | | | | | |
| 范围和主要  计量特性 | | **1.计量技术规范的适用范围；**  适用于短波长特征X射线衍射仪器的校准。  **2.计量技术规范主要计量特性的技术指标，包括其名称、测量范围和最大允许误差；**  1）空气漏射比释动能率:X射线装置在额定工作条件下，距X射线管焦点1m处的漏射线空气比释动能率不大于5mGy/h。  2）仪器θ、2θ、κ轴的角度测量范围：θ轴：-45°~+45°，2θ轴：-30°~+30°，κ轴：-50°~+50°；最大允许误差：θ轴：±0.001°，2θ轴：±0.0003°，κ轴：±0.05°；2θ轴角度测量重复性最大允许误差±0.0005°。  3）仪器X、Y、Z轴位移运动范围：0-300mm，最大允许误差：±10μm。  4）衍射强度稳定性采用极差表示，不大于1.5%/8h；X射线源靶材、电压、电流、功率以及衍射强度稳定性：靶材：钨、金、铀等重金属靶材，电压不小于200kV，电流不小于1mA，功率不小于200W。  5）探测器像素大小、能量分辨力：单点探测器像素尺寸不小于6mm2，[能量分辨力](mailto:能量分辨率优于800eV@59.3keV)不大于5%；阵列探测器像素尺寸不大于100μm，能量分辨力不大于15%。  6）仪器残余应力测试示值误差：无应力铁粉测试示值误差不大于±25MPa；高应力铁试样测试示值误差不大于±25MPa。  7）仪器晶面间距测试示值误差：衍射用粉末α-SiO2、粉末Si标准物质晶面间距重复测试示值误差不大于10%。  8）仪器沿样品厚度分辨力：阵列探测沿样品厚度测试分辨力不大于2mm。  **3.计量技术规范的计量项目。**  校准用设备应经过计量技术机构检定合格，并在有效期内。  计量项目主要有：空气漏射比释动能率、外观质量、衍射强度稳定度、仪器θ、2θ、κ轴的角度示值误差、仪器X、Y、Z运动轴示值误差、探测器能量分辨力、仪器残余应力测试示值误差、仪器晶面间距测试示值误差、仪器沿样品厚度分辨力。 | | | | | | |
| 水平 | | ■国际先进 □国内先进 | | | | | | |
| 国内外情况  简要说明 | | **1.与国内相关技术规范之间的关系；**  国内无短波长特征X射线衍射的校准规范。相关X射线衍射的校准规范仅适用于波长较长的表面物相、应力无损检测分析的X射线衍射仪器，与短波长特征X射线衍射仪在光路、衍射角度、测试方法等方面具有较大的差距，如短波长特征X射线衍射仪测试Fe（211）晶面衍射角约为10.24°，而普通X射线应力仪测试Fe（211）晶面衍射角约为156°；短波长特征X射线衍射仪测试多采用透射法，而普通X射线应力仪采用反射法。  **2.指出是否发现有知识产权的问题，或涉及专利的情况；**  本技术由中国兵器工业第五九研究所自主研发，得到了国防预研、基础科研、军品配套，国家863、973计划等项目的大力支持，五九所与相关合作单位利用该类仪器针对材料、工件开展了大量的织构、内部应力、物相等的无损检测分析，服务于基础科研、工艺研发、产品制造等，授权了多件国内外发明专利，无知识产权问题。 | | | | | | |
| 主要起草单位 | （签字、盖公章）  月 日 | | 技术委员会 | （签字、盖公章）  月 日 | | 部委托支撑  单位 | | （签字、盖公章）  月 日 |

填写说明：1.表中第2,3,8行，请在选定的内容上填写“■”的符号。

2.填写制定或修订项目中，若选择修订则必须填写被修订计量技术规范号。

附件3

**行业计量校准规范汇总表**

行业：兵工民品

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 计量技术规范名称 | 领域 | 制、修订 | 代替规范 | 完成年限 | 技术委员会 | 主要起草单位 | 申请经费 |
| 基础项目 | | | | | | | | |
| 1 | 短波长特征X射线衍射仪器计量校准规范 | 材料 | 制定 | / | 2 | 中国兵器工业标准化研究所 | 中国兵器工业第五九研究所 | 3 |

附件1

**立项报送说明具体要求**

**一、总体情况**

1.计量技术规范申报项目总数等情况。

申报了短波长特征X射线衍射仪器计量校准规范1项计量技术规范。

2.计量技术规范申报项目领域划分及分布等情况（需按分领域对计量技术规范项目进行划分）；

本计量技术规范属新材料领域。

3.申报项目与产业发展结合的总体情况

短波长特征X射线衍射技术是一种全新的内部应力、织构、物相等的检测分析方法，获得了中、美、英、法、德发明专利授权，填补了小型化仪器设备无损检测分析内部应力、织构、物相等的国内外空白。该技术仪器采用小型化X射线源、无强度衰减探测技术、先进光路技术等，具有无损、精度高、材料适用性广、理论成熟等特点，广泛应用于航空、航天、兵器、船舶、车辆等行业材料工件的无损检测分析。本项目的申报将推动短波长特征X射线衍射技术产业校准规范化，推动该产业的进一步发展，有助于该类仪器设备应用于材料、工件的检测分析，支撑先进材料、先进制造技术研发。

4.申报项目的技术水平的总体情况

本校准规范是国内外首次提出对短波长特征X射线衍射仪器进行规范化的校准工作，规范了仪器器件性能指标检测、标样制备方法、检测方法等方面的操作，保证了短波长特征X射线衍射仪器的准确性。

5.申报项目的编制原则和发展重点

本项目针对短波长特征X射线衍射仪器校准规范化的需求，开展校准方法、校准标样、误差范围等的编制研究，保证仪器的测试精度。重点开展校准规范的具体内容、实施步骤、技术指标的确定。

**二、按专业领域阐述计量技术规范申报项目**

（围绕《中国制造2025》十大重点领域和产业急需、安全、节能、环保、自主创新等方面列出相关项目名称，阐述发挥的作用和解决的主要问题）

1.对产业发展的作用；

本校准规范的制订将保证短波长特征X射线衍射仪器测试数据的准确性和溯源性，有利于推动短波长特征X射线衍射技术和仪器的进一步推广应用，在内部应力、织构、物相等的无损检测分析方面支撑材料研发、精密加工、先进装备制造，推动先进材料、先进制造的进一步升级；同时，该校准规范的制订也为各使用单位检测数据的一致性提供保证，方便行业内技术交流，为短波长特征X射线衍射仪器产业发展奠定基础。

2.解决的主要问题；

短波长特征X射线衍射仪器的校准对获取的检测分析结果有决定性的作用，但目前没有规范化的校准方法和指标，使得检测数据的可靠性和准确性无法得到有效保证，为保证短波长特征X射线衍射仪器的准确性和溯源性，规范仪器的校准工作，建立校准规范，规范行业校准依据势在必行。制订短波长特征X射线衍射仪器的校准规范，明确校准用标准样品、器具、校准方法、校准结果表达、示值误差不确定度评定等内容，保证仪器检测结果的可溯源性及对其进行有效校准。

3.涉及专利的情况

本技术由中国兵器工业第五九研究所于2002年开始自主研发，得到了国防预研、基础科研、军品配套，国家863、973计划等项目的大力支持，五九所与相关合作单位利用该类仪器针对材料、工件开展了大量的织构、内部应力、物相等的无损检测分析，服务于基础科研、工艺研发、产品制造等，授权了多件中、美、英、法、德等国内外发明专利，无知识产权问题。