

# MV\_RR\_CNG\_0134 多晶 X 射线衍射仪检定方法

## 1. MV\_RR\_CNG\_0134 多晶 X 射线衍射仪检定规程说明

编号	JJG 629—1989
名称	(中文) 多晶 X 射线衍射仪检定规程 (英文) Verification Regulation of Polycrystalline X-ray Diffractometer
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
主要起草人	孙明棟
批准日期	1989 年 8 月 15 日
实施日期	1990 年 6 月 15 日
替代规程号	
适用范围	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。
主要技术要求	1.管电压保护装置 2.过负荷保护装置 3.你、冷却说、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. 和 2 角单向测角准确度 7. 和 2 角单向测角复现性 8. 探测器能谱分辨率 9. 仪器综合稳定度 10. 仪器分辨率 11 仪器 2 角单向角重复性
是否分级	是 , 分为 级 ; 否
检定周期 ( 年 )	2
附录数目	5
出版单位	中国计量出版社
检定用标准物质	
相关技术文件	
备注	

## 2. 多晶 X 射线衍射仪检定规程摘要

### 一 适用范围

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。

## 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 1~3 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 $2 \times 10^{-5}$ Gy/h
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 角和 $2\theta$ 角单向测角准确度	A 级优于 $0.01^\circ$ B 级优于 $0.02^\circ$ C 级优于 $0.05^\circ$
7	角和 $2\theta$ 角单向测角复现性	A 级优于 $0.002^\circ$ B 级优于 $0.004^\circ$ C 级优于 $0.01^\circ$
8	测量记录部分	
a	探测器能谱分辨率	优于 20% (CuK 辐射)
b	正比探测器能谱分辨率 闪烁探测器能谱分辨率	优于 55% (CuK 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	-SiO <sub>2</sub> 块状多晶或粉末标准物质， CuK 辐射， $2\theta$ 角在 $67^\circ \sim 69^\circ$ 之间的 5 条衍射峰清晰可见。其(212)晶面的 K <sub>2</sub> 峰高 H 和(212)晶面的 K <sub>1</sub> 和 K <sub>2</sub> 之间的峰谷 h 之比的倒数值不大于 60%
11	仪器 $2\theta$ 角单向测角重复性	A 级优于 $0.002^\circ$ B 级优于 $0.005^\circ$ C 级优于 $0.02^\circ$

## 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 $-\text{SiO}_2$ 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：  $20 \pm 5$  (稳定度测量时 $20 \pm 2$ )。
- 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1~3 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。Cu K 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 角单向测角准确度的检定

将经纬仪或36面棱体安装在轴上，调整好测角仪水平和使角处于零位，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 $0^{\circ} \sim 160^{\circ}$ ,测角速度大于 $30^{\circ}/\text{min}$ 。启动测角仪,每隔 $5^{\circ}$ 测量一次,取其中测量最大误差 $\Delta_{\text{max}}$ 表示。

### 9 测角仪 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 $0^{\circ} - 10^{\circ} - 0^{\circ}$ ,  $0^{\circ} - 15^{\circ} - 0^{\circ}$ , ...,  $0^{\circ} - 55^{\circ} - 0^{\circ}$ 。单向回零,每隔 $5^{\circ}$ 测量一次,角单向测角复现性以3倍标准偏差(3 $\sigma$ )表示。

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

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2 角单向测角准确度的检定

将经纬仪或36面棱体安装在2轴套上,调整、测量和误差的表示同8条。

### 11 测角仪2 角单向测角复现性的检定

将经纬仪或36面棱体安装在2轴套上,调整和测角速度同8条。分别启动测角仪从 $0^{\circ} - 30^{\circ} - 0^{\circ}$ ,  $0^{\circ} - 35^{\circ} - 0^{\circ}$ , ...,  $0^{\circ} - 75^{\circ} - 0^{\circ}$ 。单向回零,每隔 $5^{\circ}$ 测量一次,2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 $\alpha$ 辐射,Ni滤波片,发散狭缝和散射狭缝 $1^{\circ}$ ,接收狭缝 $0.1 \sim 0.15 \text{ mm}$ 。调整 $2\theta = 28.44^{\circ}$ 的Si(111)晶面 $K_1$ 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)。

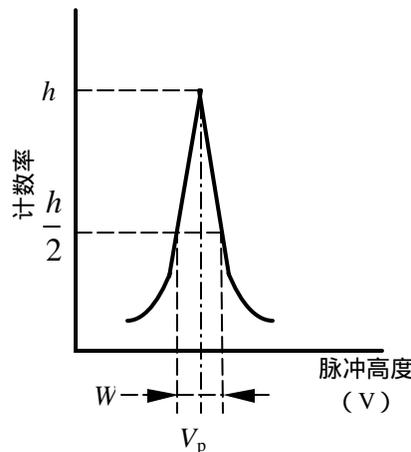


图 2 能谱图

### 13 仪器分辨率的检定

将粒级 $< 20 \mu\text{m}$ 的块状多晶或粉末 $\text{SiO}_2$ 标准物质安装在样品架上。测量条件为:线焦点 $0.1 \times 10^2 \text{ (mm)}^2$  CuX射线管,X射线取出角为 $6^{\circ}$ ,Ni滤波片,发散狭缝和散射狭缝 $1^{\circ}$ ,接收狭缝 $0.1 \sim 0.15 \text{ mm}$ ,扫描速度 $1^{\circ}/\text{min}$ ,用记录仪记录的情况下,时间常数 $1 \text{ s}$ ,扫描范围 $2\theta = 67^{\circ} \sim 69^{\circ}$ ,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 $K_2$ 峰高 $H$ 和(212)晶面 $K_1$ 与 $K_2$ 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。

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

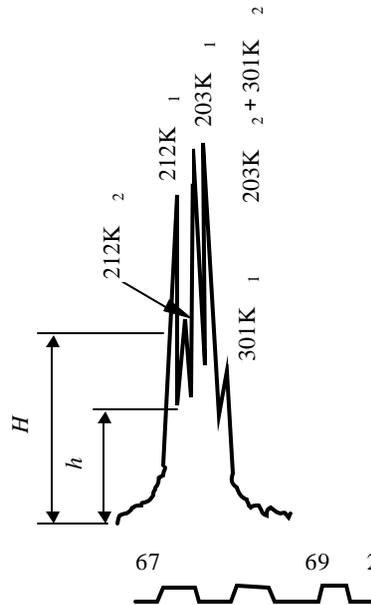


图 3  $\text{-SiO}_2$ 衍射图

#### 14 仪器综合稳定度的检定

用块状多晶或粉末Si或  $\text{-SiO}_2$ 标准物质的(111)或(101)晶面衍射, CuK $\alpha$  辐射, Ni滤波片, 发散狭缝 $2^\circ$ 、散射狭缝 $4^\circ$ 、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 $1 \times 10^4$ 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 $2\theta$ 角单向测角重复性的检定

CuK $\alpha$  辐射, Ni滤波片, 发散狭缝和散射狭缝 $1^\circ$ , 接收狭缝 $0.1 \sim 0.15\text{ mm}$ , 调整Si(111)晶面或  $\text{-SiO}_2$ (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  $\text{-SiO}_2$ (101)晶面衍射角。仪器 $2\theta$ 角单向测角重复性以3倍标准偏差(3 $\sigma$ )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。

注: 需要查阅全文, 请与出版发行单位联系。