

# MV\_RR\_CNJ\_0035 转靶 X 射线多晶体衍射仪检定规程

## 1. 转靶 X 射线多晶体衍射仪检定规程的说明

编号	JJG(教委)009-1996
名称	(中文) 转靶 X 射线多晶体衍射仪检定规程 (英文) Verification Regulation for Rotating Anode X-Ray Polycrystalline Diffractometer
归口单位	国家教育委员会
起草单位	国家教育委员会
主要起草人	马礼敦 黄清珠
批准日期	1997 年 1 月 22 日
实施日期	1997 年 4 月 1 日
替代规程号	无
适用范围	本检定规程适用于新安装、使用中或修理后配备有转靶X射线发生器的X射线多晶体衍射仪(以下简称仪器)的性能检定。使用密封X射线管或其它类型的X射线多晶体衍射仪也可参照执行。
主要技术要求	1.外观要求 2.安装条件 3.检定条件 4.检定设备 5.样品 6.检定项目和检定方法
是否分级	无
检定周期(年)	2
附录数目	5
出版单位	科学技术文献出版社
检定用标准物质	
相关技术文件	
备注	

## 2. 转靶 X 射线多晶体衍射仪检定规程的摘要

### 2 范围

本检定规程适用于新安装、使用中或修理后配备有转靶X射线发生器的X射线多晶体衍射仪(以下简称仪器)的性能检定。使用密封X射线管或其它类型的X射线多晶体衍射仪也可参照执行。

#### 2.1 原理

转靶X射线多晶体衍射仪配备的转靶X射线发生器中的X射线管是可拆的，其中的阳极靶是一个用流水冷却的、高速旋转的，靶面复以特定金属的圆形组件，因而可承受的电子流大大增强，其功率远大于密封式X射线管。与X射线多晶体衍射仪配用的常为12kW或18kW的可拆式转靶X射线管。

本仪器使用按Bragg - Branteno原理制造的粉末衍射测角器，由多晶平板形样品产生的衍射X射线由粒子探测器(常用闪烁计数器)及相关的电子电路及计算机进行探测记录和处理。从衍射线的位置、强度及线形等的分析可以对多晶聚集体的相结构，晶粒大小与分布，

点阵畸变、各种晶体缺陷,多晶材料的晶体结构及其它多晶聚集体的结构信息进行测定研究。

## 2.2 构成

本仪器由转靶X射线发生器, Bragg - Branteno测角器, 探测器与放大计数系统, 计算机控制与数据处理系统等四大部分构成。

## 3 计量单位

本规程中的计量单位一律采用国家颁布的法定计量单位及其符号。

衍射线的位置用衍射线所处的衍射角 $2\theta$ 表达, 单位为度( $^{\circ}$ )。

衍射线的强度 $I$ 采用在规定时间内收集到的光子数目[单位为(1)]或每秒的光子数目(单位为 $s^{-1}$ )表达。

分辨率定义为衍射线极大一半处的衍射线全宽度( $2\theta$ )[称为半高宽, 英文缩写为FWHM], 单位为度( $^{\circ}$ )。

## 4 计量要求

### 4.1 计量特性

#### 4.1.1 安全装置

项目名称

计量特性

##### 4.1.1.1 过电压保护器

当电源电压超过仪器允许的最高电压时应能自动切断外电源, 使仪器停止工作

##### 4.1.1.2 过负荷保护器

当仪器的实际负荷大于额定的最大负荷时应能自动切断电源, 使仪器停止工作

##### 4.1.1.3 水继电器

在冷却水压力、流量不能满足仪器要求时应能自动切断电源, 使仪器停止工作

##### 4.1.1.4 真空指示

真空度如达不到 $10^{-4}$ Pa, 停止发生X射线

##### 4.1.1.5 靶子转速监测

若靶子实际转速小于仪器规定的最小转速时不能发生X射线

##### 4.1.1.6 仪器状态报警灯

任一个报警灯亮, X射线发生器不能工作

##### 4.1.1.7 X射线工作示警灯

任一个不亮, X射线发生器不能工作

##### 4.1.1.8 防护罩

正常操作时罩外X射线散射剂量  $2.5 \times 10^{-6}$  Sv/h

#### 4.1.2 角度检定项目

项目		A级	B级	C级
4.1.2.1 测角准确度	$(2\theta_c)$	0.01 $^{\circ}$	0.05 $^{\circ}$	0.10 $^{\circ}$
4.1.2.2 测角重复性	$S_t$	0.001 $^{\circ}$	0.003 $^{\circ}$	0.005 $^{\circ}$
4.1.2.3 测角复现性	$S_d$	0.002 $^{\circ}$	0.004 $^{\circ}$	0.006 $^{\circ}$

#### 4.1.3 强度检定项目

项目		A级	B级	C级
4.1.3.1 强度的线性上限	$I_{max}$	$3 \times 10^5$	$3 \times 10^4$	$1 \times 10^4$
4.1.3.2 强度测量的重复性	$S_I$	1%	2%	3%
4.1.3.3 强度的稳定性	$SV$	1%	2%	3%
4.1.4 分辨率(半高宽)	$\frac{56}{c}$	0.07 $^{\circ}$ ( $2\theta$ )	0.12 $^{\circ}$ ( $2\theta$ )	0.25 $^{\circ}$

Q)

## 4.2 等级评定

4.2.1 角度测量 A级 4.1.2.1 4.1.2.2 4.1.2.3 三项指标均应分别达到A级指标

B级 4.1.2.1 4.1.2.2 4.1.2.3 三项指标应分别达到或超过 B 级指标

C级 4.1.2.1 4.1.2.2 4.1.2.3 三项指标应分别达到或超过 C 级指标

4.2.2 强度测量 A级 4.1.3.1 4.1.3.2 4.1.3.3 三项指标均应达到A级指标

B级 4.1.3.1 4.1.3.2 4.1.3.3 三项指标应分别达到或超过 B 级指标

C级 4.1.3.1 4.1.3.2 4.1.3.3 三项指标应分别达到或超过 C 级指标

4.2.3 分辨率 同 4.1.4

4.2.4 仪器等级评定 A级 4.2.1 4.2.2 4.2.3 三项指标均应达到 A 级指标

B级 4.2.1 4.2.2 4.2.3 三项指标应分别达到或超过B级指标

C级 4.2.1 4.2.2 4.2.3 三项指标应分别达到或超过C级指标

## 5 技术要求

### 5.1 外观要求

5.1.1 仪器主机和各部件应完好无损伤。原有的各种说明整机或部件的名称、型号、制造厂、出厂日期、出厂系列号、电源、功率等指标的各种标志应完好无损，字迹清晰。

#### 5.1.2 技术资料

说明仪器安装及使用的全套说明书；

出厂检验合格证；

仪器的验收与全套保养维修记录，各次检定证书。

### 5.2 安装条件

应满足仪器说明书提出的所有安装要求和各种测量所需的要求。

### 5.3 检定环境

5.3.1 环境 实验室应宽敞，四周砖墙厚度应不薄于25 cm，室外应贴有说明为射线工作室的国际通用标志(此标志为国标 GB8707 - 88《辐射防护规定》中1.9条之规定，标志见附录A)。实验室应清洁无尘、无振动、无电磁干扰、无腐蚀性气体、室温应能控制在预定温度 $\pm 1$ ；相对湿度 70%。

5.3.2 电源 电源电压允许波动范围为 $380V \pm 10\%$ ，频率波动范围为 $50Hz \pm 1\%$ ，功率应为仪器要求的150%，不得突然断电，应有专用地线，接地电阻不大于仪器的规定。

5.3.3 冷却水 应有流量与温度均稳定的、符合仪器要求的、清洁的冷却水系统，水温变化不超过 $\pm 2$ 。

5.3.4 防护罩外X射线散射剂量应低于安全指标， $2 \times 10^{-6} Sv/h$ 。

### 5.4 检定设备

#### 5.4.1 标准样品

硅粉 国标GBW(E)130014或美国标准参比物SRM640系列它们附有应采用的标准衍射数据。如无以上通用标样，则用纯度超过99.999%，粒度小于 $30 \mu m$ 的无应力硅粉。标准衍射数据见附录B。

#### 5.4.2 检定器材

5.4.2.1 标准镍或铝吸收片。

5.4.2.2 调压变压器，三相15kW以上。

5.4.2.3 交流电压表，C级以上，量程(0V~500V)。

5.4.2.4 剂量测定仪

### 5.5 检定项目和检定方法

### 5.5.1 检定项目

#### 5.5.1.1 外观与安全装置

#### 5.5.1.2 测角准确度、测角重复性及测角复现性

#### 5.5.1.3 强度的线性范围和重复性

#### 5.5.1.4 强度测量的稳定性

#### 5.5.1.5 谱线的分辨率

### 5.5.2 检定方法

#### 5.5.2.1 测角准确度，重复性与复现性的检定

(1) 以符合5.4.1的硅粉压制试料板，作为测定用标准样品。使用国标及SRM640时，不得再研磨。须紧压，样品板正面须光洁平整。

(2) 调准仪器，包括光路调准及脉高分析器等电子部件的调整。记下角度零位校正值。

(3) 对标准硅试料板按下述条件进行扫描，反复扫描3次。扫描的衍射峰指数及范围如下：

衍射指数：	111	311	331	511	531	533
扫描范围：	2 从 28.05	55.70	75.95	94.60	113.70	136.40
	至 28.85	56.55	76.80	95.50	114.90	138.00

扫描步长：0.01° (2θ)，每步停留时间：2s

狭缝系统：DS = 1/2°，SS = 1/2°，RS = 0.15mm。

采用CuK $\alpha$  辐射，40kV，100mA，单色器可用石墨单色器(接受狭缝为0.8mm)或Ni滤色片

记下样品室温度或实验室温度，控制在25 ± 1

#### (4) 测角准确度的计算

取(3)中3次扫描数据中的一组数据，对各衍射峰作K $\alpha_1$ ，K $\alpha_2$ 分峰，记录下各对应于K $\alpha_1$ 的峰位，作零位校正得(2θ<sub>o</sub>)<sub>i</sub>，下标o，i分别表示实验测量值，第i个衍射峰。

求实测值(2θ<sub>o</sub>)<sub>i</sub>与相应标准值(2θ<sub>s</sub>)<sub>i</sub>之差(Δθ<sub>o</sub>)<sub>i</sub>，下标s表示为标准值

$$(\Delta\theta_o)_i = (2\theta_s)_i - (2\theta_o)_i \quad (1)$$

作(Δθ<sub>o</sub>)<sub>i</sub> ~ (2θ<sub>o</sub>)<sub>i</sub>图，对各(Δθ<sub>o</sub>)<sub>i</sub>作最小二乘拟合，拟合方程可用下式或其它合适的函数。

$$(\Delta\theta_r) = a_0 + a_1(2\theta_o) + a_2(2\theta_o)^2 + a_3(2\theta_o)^3 \quad (2)$$

此即为校正曲线。从此曲线上求得与各(2θ<sub>o</sub>)<sub>i</sub>对应之校正值(2θ<sub>r</sub>)<sub>i</sub>，用这些值对实测值(2θ<sub>o</sub>)<sub>i</sub>

进行校正，得校正后值(2θ<sub>r</sub>)<sub>i</sub>

$$(2\theta_r)_i = (2\theta_o)_i + (\Delta\theta_r)_i \quad (3)$$

再求(2θ<sub>r</sub>)<sub>i</sub>与各对应(2θ<sub>s</sub>)<sub>i</sub>之偏离值(Δθ<sub>c</sub>)<sub>i</sub>，此即为测量偏差。

$$(\Delta\theta_c)_i = (2\theta_s)_i - (2\theta_r)_i \quad (4)$$

求出平均值  $\overline{(\Delta\theta_c)_1}$ ，以此作为本次测量测角准确度之判据。

$$\overline{(\Delta\theta_c)_1} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\Delta\theta_c)_i \quad (5)$$

再求出另两次扫描数据的测角准确度  $\overline{(\Delta\theta_c)_2}$  及  $\overline{(\Delta\theta_c)_3}$ 。

#### (5) 测角重复性的计算

求出  $\overline{(\Delta\theta_c)_1}$ 、 $\overline{(\Delta\theta_c)_2}$ 、 $\overline{(\Delta\theta_c)_3}$  的算术平均值  $\overline{(\Delta\theta_c)_a}$  及标准偏差S<sub>t</sub>，以S<sub>t</sub>作为重复性之判据。

$$\overline{?(2\ c)_a} = \frac{1}{3} \sum_{p=1}^3 \overline{?(2\ c)_p} \quad (6)$$

$$S_t = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{p=1}^n [\overline{?(2\ c)_p} - \overline{?(2\ c)_a}]^2} \quad (7)$$

式中 $p$ 为扫描次数，从1至3。

#### 5.5.2.2 测角复现性的检定：

(1) 将实验条件改变为：

$DS = 1/2^\circ$ ， $SS = 1/2^\circ$ ， $RS = 0.15\text{mm}$ ，扫描步长 $0.02^\circ$ （2），每步停留时间3秒，扫描范围同5.5.2.1(3)规定。

$DS = 1^\circ$ ， $SS = 1^\circ$ ， $RS = 0.30\text{mm}$ ，扫描步长 $0.02^\circ$ （2），每步停留时间2秒，扫描范围同5.5.2.1(3)规定。

每种条件扫描一次，每次扫描用的试料板均需重新压制。

(2) 按5.5.2.1(4)所述计算方法算出各次扫描的 $\overline{?(2\ c)_p}$ 。

(3) 求取本两次测量所得之 $\overline{?(2\ c)_p}$ 与5.5.2.1(5)所得 $\overline{?(2\ c)_a}$ 之平均值 $\overline{?(2\ c)}$ ，以此作为本仪器测角准确度的判据。

(4) 算出 $\overline{?(2\ c)}$ 之标准偏差 $S_d$ ，以此作为复现性判据。

$$S_d = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{p=1}^n [\overline{?(2\ c)_p} - \overline{?(2\ c)_a}]^2} \quad (8)$$

式中  $n = 3$ 。

#### 5.5.2.3 强度的线性范围及重复性测定

(1) 可用仪器的零位进行测定，也可用某衍射的极大位置(如Si(111))进行测定。

(2) 采用CuK 辐射。如采用零位测定，则无样品，探测器调到2 零位。X射线发生条件为40kV，10mA。狭缝： $DS = 0.05\text{mm}$ ， $RS = 0.15\text{mm}$ ；如采用Si(111)衍射极大位置，则需装上Si样品，探测器固定在Si(111)衍射极大位置，2 约为 $28.44^\circ$ 。X射线发生条件采用40kV，50mA或更大，使Si(111)衍射的强度可超过强度线性范围。石墨单色器或Ni滤色片。测定期间应稳定冷却水温度，其变化不超过 $\pm 2$ 。

(3) 在SS的位置上垂直于X射线插入 $n$ ( $n$ 不小于10)块标准吸收片，此时入射X射线刚好被完全吸收。如在 $n < 10$ 时透过强度已变为零，则应减薄吸收片，使在 $n = 10$ 时，透过强度为零。

(4) 在开机半小时冷却水温及电路稳定后开始测量。每次测量之累计计数时间为5s，测得之光子累计计数为 $I_n$ ， $n$ 为测定时所用吸收片的数目。完成一次测量后减少一块吸收片，再测量，不断减少吸收片至记录之光子数超过仪器生产厂家声明的最大线性范围。然后做反向测量，逐块加入吸收片，每加入一片测量一次。来回共作 $p$ 次(不少于3次)测量。按下式求取吸收片数为 $n$ 时之平均计数率 $\bar{I}_n$ ( $\text{s}^{-1}$ )。

$$\bar{I}_n = \frac{1}{5p} \sum_{i=1}^p (I_n)_i$$

(9)

下标 $i$ 表示第 $i$ 次测量。

(5) 作 $\bar{I}_n \sim n$ 图。连接各 $\bar{I}_n$ 点，在大 $n$ 低 $\bar{I}_n$ 段为直线，到小 $n$ 高 $\bar{I}_n$ 段转变为曲线。将直线

段外延。与直线和曲线的分离点对应的计数值 $I_{\max}$ 即为本仪器计数线性范围之上限。可应用上

述直线与曲线间的差值对非线性段的实测值进行校正。

(6) 取3个靠近 $0.1I_{\max}$ ,  $0.5I_{\max}$ ,  $0.9I_{\max}$ 的测量点, 对应的吸收片数为 $n_1, n_2, n_3$ , 按下式求这3点的标准偏差

$$S_{In} = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p [(I_n)_i - \bar{I}_n]^2} \quad (10)$$

求平均值 $S_I$

$$S_I = (S_{In1} + S_{In2} + S_{In3})/3 \quad (11)$$

以 $S_I$ 作为强度测量重复性判据。如 $I_{\max}$ 大于 $100k/s$ , 则取 $0.01I_{\max}$ ,  $0.4I_{\max}$ ,  $0.9I_{\max}$ 三个测量点。

#### 5.5.2.4 强度的稳定度检定

主要检定外电源电压变化对实测强度值的影响。

以硅(111)衍射峰的衍射强度变化作为判别依据。

在外电源和仪器之间接入一个不小于 $15kW$ 的三相调压变压器及一个电压表。

对标准硅试样板做2 从 $28^\circ$ 至 $29^\circ$ 的扫描, 确定出Si(111)衍射峰极大的位置, 将探测器固定在此极大值处进行测量。狭缝 $DS = 1^\circ$ ,  $SS = 1^\circ$ ,  $RS = 0.15mm$ 。每次测量的计数时间为 $5s$ , 要使其累积计数不小于 $1 \times 10^4$ , 也不能使每秒计数大于强度线性区之上限。

搬动调压变压器, 使输入仪器的电压在 $418V$ 、 $380V$ 、 $342V$ 三个数值间变换, 每个电压值需轮流变换到5次。输入电压变换后, 稳定 $2min$ , 然后作5次测量, 每次测量间隔为 $2min$ 。

分别求出在 $418V$ 、 $380V$ 及 $342V$ 测得的 $5 \times 5$ 个测量值的平均值 $\bar{I}_H^-$ 、 $\bar{I}_M^-$ 、 $\bar{I}_L^-$ 。还按下式求 $SV_H$ 及 $SV_L$

$$SV_H = \frac{\bar{I}_H^- - \bar{I}_M^-}{\bar{I}_M^-} \quad SV_L = \frac{\bar{I}_L^- - \bar{I}_M^-}{\bar{I}_M^-} \quad (12)$$

求 $SV_H$ 及 $SV_L$ 之平均值 $SV$

$$SV = \frac{SV_H + SV_L}{2} \quad (13)$$

即以此作为强度稳定度的判据。

#### 5.5.2.5 分辨率的检定

FWHM是随 $2\theta$ 而变的,  $2\theta$ 变大, 半高宽变宽, 分辨率变坏。

检定用标准样品为硅粉。

取5.5.2.1(3)中某次扫描的衍射数据。求出各衍射峰的半高宽 $\Delta 2\theta_i$ 。

作 $\Delta 2\theta_i \sim 2\theta_i$ 图。用 $\Delta 2\theta_i = U \tan 2\theta_i + V \tan \theta_i + W$ 拟合各 $\Delta 2\theta_i$ 。

从 $\Delta 2\theta_i$ 曲线上求出 $2\theta$ 为 $56^\circ$ 处的 $\Delta 2\theta_{56}$ , 作为分辨率的判据。

也可用5.5.2.1(3)中三次扫描所得的 $2\theta$ 位于 $56.12^\circ$ 处的 $K\alpha_1$ 辐射的(311)衍射之半高宽(FWHM)的平均值 $\Delta 2\theta_{Si^{311}}$ 为分辨率。

#### 5.5.2.6 散射剂量的测定

在按5.5.2.1作测角准确度测量时, 同时测定。此时仪器应使用所有安全保护装置, 正常操作运转。测量点选在图1中所示A、B、C三点, 距防护罩 $0.5m$ 。反复测定三次, 求出各点的平均值。

## 6 计量管理

## 6.1 检定结果处理

按本规程检定，并达到4中规定的各项计量特性的发给检定证书，格式见附录C(标准的附录)。证书中应分别给出4.2中三个基本项目(2角、强度及半高宽)的等级指标及整个仪器的等级指标。如三个项目中有一个和一个以上不能达到最低的C级指标，则为不合格仪器，只发给检定结果通知书，格式见附录D(标准的附录)。

## 6.2 检定周期

6.2.1 新安装和修理后的仪器应按本规程进行首次鉴定。

6.2.2 本仪器的检定周期为2年。如仪器某些部件更换，则需对有关项目进行补检。

注：需要查阅全文，请与出版发行单位联系。