

## 中华人民共和国机械行业标准

JB/T 9400—1999

代替 ZB N33 011—1989

## X 射线衍射仪 技术条件

## 1 范围

本标准规定了多晶 X 射线衍射仪的技术要求、检验规则和试验方法等。

本标准适用于多晶 X 射线衍射仪(以下简称衍射仪)。

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 1184—1996 形状和位置公差 未注公差值

GB/T 2829—1987 周期检查计数抽样程序及抽样表(适用于生产过程稳定性的检查)

GB 3100—1993 国际单位制及其应用

GB/T 15464—1995 仪器仪表包装通用技术条件

JB/T 9329—1999 仪器仪表运输、运输贮存基本条件及试验方法

## 3 产品分类

衍射仪按精度等级分为 A、B 二级。

## 4 技术要求

4.1.1 衍射仪应在下列环境条件下正常工作:

a)环境温度:  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; b)相对湿度:  $30\% \sim 80\%$ ; c)电源电压  $220\text{ V} \pm 5\%$ ; d)电源频率:  $50\text{ Hz} \pm 1\text{ Hz}$ ; e)电源容量不低于整机额定容量的 2 倍; f)接地装置的接地电阻不大于  $4\ \Omega$ ; 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)冷却水水质应符合 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。

4.2.1 衍射仪运输、运输贮存环境条件应符合 JB/T9329 中的要求。

其运输贮存环境条件试验的高温温度选为  $+40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 低温温度选为  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 相对湿度为  $95\%$ 。

4.2 使用性能

4.2.1 衍射仪整机部分应具有以下功能:

a)微机控制 kV 升降, mA 升降, 光闸开关, 功率范围。kV, mA 升降具有最小整数位。b)微机自动控制, 设定记录单元中的基线道宽, 测角仪转动, 采样时间, 满量程等一些参数。c)具有自动采集数据功能; d)应有相应的数据处理软件, 完成数据处理功能; e)应有物相定性分析系统软件和通用应用软件; f)应有整机校正和测试程序。

4.2.2 衍射角的分辨率

对  $\alpha\text{-SiO}_2$  粉末样品, 用铜靶 X 射线管进行测量, 能分辨在  $2\theta$  扫描范围  $67^{\circ} \sim 69^{\circ}$  间的  $212K_{a1}$ ,  $212K_{a2}$ ,

$203K_{a1}$ ,  $203K_{a2} + 301K_{a2}$ ,  $301K_{a2}$  五条峰,其分辨率 D212 不大于 60%。

对 Si 粉末样品,用铜靶 X 射线管进行测量,其分辨率 D111 对于 A,B 级不大于 95%。

4.2.3 衍射仪  $2\theta$  角度的单向重复性对 A,B 级不大于  $0.005^\circ$ 。

4.2.4 衍射强度稳定度对 A 级不大于  $\pm 1\%$ ,对 B 级不大于  $\pm 2\%$ 。

4.2.5 管电流和管电压的稳定度对 A 级不大于  $\pm 0.03\%$ ,对 B 级不大于  $\pm 0.05\%$ 。

4.2.6 测量系统的时间分辨率对 A 级不大于  $0.5\mu s$ ,对 B 级不大于  $1\mu s$ 。

4.2.7 计数器能谱分辨率:正比计数器不大于 25%,闪烁计数器为 40%~70%,采用正比计数器应有死时间校正电路。

4.2.8 计数器高压稳定度对 A,B 级不大于  $\pm 0.03\%$ 。

4.2.9 测量系统的计数器稳定度对 A 级不大于  $\pm 0.03\%$ ,对 B 级不大于  $0.05\%$ 。

4.2.10 测角仪主轴圆跳动公差按 GB/T 1184 选择,对 A,B 级选择五级。

4.2.11 测角仪角度单向重复性对 A,B 级不大于  $0.003^\circ$ 。

4.2.12 测角仪单向转角累积误差对 A, B 级不大于  $0.01^\circ$ 。

4.2.13 测量系统应能输出数字,衍射仪应配有微机处理机,并配有相应的软件。

### 4.3 安全和防护

4.3.1 衍射仪应设有 X 射线防护装置。

在额定功率时,其散射线比释动能率不大于  $5.2 \times 10^{-5} \text{ Gy/h}$  ( $43 \times 10^{-12} \text{ kg} \cdot \text{s}$ ),X 射线管套漏射线比释动能率均不大于  $5.2 \times 10^{-6} \text{ Gy/h}$  ( $43 \times 10^{-12} \text{ C/kg} \cdot \text{s}$ )。

4.3.2 衍射仪应设有保护装置。

a)当管电压、管电流运行功率超过额定值时,自动切断电压;b)具有无 kV,无 mA,无水保护功能;c)冷却装置应符合具体 X 射线管标准的规定。

4.3.3 高压变压器的低压部件对地绝缘电阻不应低于  $1\text{M}\Omega$ 。

4.3.4 高压变压器的高压绕组对地及对低压部件的绝缘电阻不应低于  $500\text{M}\Omega$ 。

## 5 试验方法

5.1 除特别指明外,所有试验的环境条件按 4.1 执行。

5.2 试验用主要仪器仪表

a)精度等级不低于 0.5 级的交、直流电压表和电流表;b)500V 和 2500V 兆欧表;c)精确度不低于  $\pm 0.006\%$  的七位数字电压表和精确度不低于  $\pm 0.03\%$  的五位数字电流表;d)放射性活度 A 不大于  $3.7 \times 10^9 \text{ Bq}$  ( $100\text{mc}$ ) 的铁 ( $\text{Fe}^{55}$ ) 同位素源;e)精确度不低于  $\pm 10\%$  的伦琴计(毫伦计);f)精确度不低于 2'' 级的经纬仪或等效精度的 36 面体装置;g)1 级精度的千分表和扭簧比较仪;h)零级平台;i) 频率在 5MC 以上的双脉冲信号发生器。

5.3 衍射角分辨率的测定

5.3.1 测量条件

a)用焦点为  $1\text{mm} \times 10\text{mm}$  的铜靶 X 射线管;b)管电压 40kV,管电流 20mA ;c)狭缝:发散狭缝  $1^\circ$ , 散射狭缝  $1^\circ$ 。接收狭缝不大于  $0.15\text{mm}$  [对硅粉发散狭缝  $(1/2)^\circ$ , 散射狭缝  $(1/2)^\circ$ , 接收狭缝不大于  $0.1\text{mm}$ ]d)扫描速度: $0.5^\circ/\text{min} \sim 1^\circ/\text{min}$ ;e)样品:衍射分析用  $\alpha\text{-SiO}_2$  Si 标准粉末样品。

5.3.2 计算方法:

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

式中: D——衍射角分辨率; H——衍射面的  $K_{a2}$  峰高; h——衍射面的  $K_{a1}$  和  $K_{a2}$  之间的峰谷高。

## 5.4 衍射仪 $2\theta$ 角度单向重复性测定

### 5.4.1 测量条件

a) 样品: 衍射分析用 Si 粉末样品(111)晶面; b) 功率: 额定功率的 60%; c) 狭缝: 发散狭缝  $1^\circ$ , 散射狭缝  $1^\circ$ , 接受狭缝 0.2mm。

### 5.4.2 测量方法

单向重复测量 10 次, 取得最大与最小测量角度的差值为衍射仪  $2\theta$  角度的单向重复性。

## 5.5 衍射强度稳定度的测定 整机预热 3h, 测量 8h。

### 5.5.1 测量条件

- a) 环境温度:  $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ;  
 b) 铜靶 X 射线管;  
 c) 功率: 不大于额定功率的 60%;  
 d) 样品: 石墨;  
 e) 计数: 每次采样大于  $10^5$ ;  
 h) 测量次数: 大于 50 次。

### 5.5.2 计算方法

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

$$\epsilon = \pm \frac{t\sigma}{\bar{X}} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $\sigma$ ——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,  $t = 1$ ;

$\epsilon$ ——相对偏差, 即稳定度。

## 5.6 管电压、管电流稳定度的测定

### 5.6.1 测量条件

a) 环境温度:  $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ; b) 管电压 40KV, 管电流为使功率不大于 X 射线管额定功率的 60% 时的 mA

值。5.6.2 测量方法 预热 3h, 测量 7h, 管电压为取样电阻两端的电压, 管电流为取样电阻上流过的电流。

### 5.6.3 计算方法 按公式(2), 公式(3)计算。

## 5.7 高压变压器的低压部件对地绝缘电阻的测定。

将 500V 兆欧表接在高压变压器低压输入端和衍射仪的接地点进行测量。

## 5.8 高压变压器的高压绕组对地及对低压绕组的绝缘电阻的测定。

将 2500V 兆欧表接在高压绕组和衍射仪的低压绕组之间进行测量, 将 2500V 兆欧表接在高压绕组和接地点进行测量。

## 5.9 测量系统的时间分辨率的测定

将双脉冲信号发生器接入测量系统的输入端, 检测时间分辨率。

## 5.10 计数器能谱分辨率的测定

### 5.10.1 测量条件

a) 铜靶 X 射线管, 加镍滤片; b) 管电压 40kV, 管电流 20mA; c) 样品: 衍射分析用  $\alpha$ - $\text{SiO}_2$  粉末标准样品;

d) 线性放大器放大倍数和计数器高压按最佳条件选择。

### 5.10.2 计算方法

$$E_R = W/V_P \dots\dots\dots (4)$$

式中:  $E_R$ ——能谱分辨率;  
 $W$ ——能谱峰半高宽;  
 $V_P$ ——能谱峰顶电压值。

### 5.11 计数器高压稳定度的测定

在  $20^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$  的环境下进行。

#### 5.11.1 测量方法

用阻值偏差为  $\pm 0.01\%$  的精密绕线电阻组成负载,在额定输出电压管电流下用七位数字电压表或电子电位差计,预热 3h,测负载上的取样电压,测量 7h。

5.11.2 计算方法 按公式(2),公式(3)计算。

### 5.12 测量系统稳定度的测定

预热 3h,测量 8h。

#### 5.12.1 测量条件

- a) 放射源:铁( $\text{Fe}^{55}$ )同位素;
- b) 环境温度:  $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ;
- c) 计算:每次采样大于  $10^5$ ;
- d) 测量次数:大于 50 次。

5.12.2 计算方法 按公式(2),公式(3)计算。

### 5.13 测角仪主轴圆跳动误差的测定

将千分表夹在专用表架上,千分表触头压触测角仪主轴,压缩量为  $0.1\text{mm}$  左右,调整千分表零位,测角仪主轴机动旋转  $360^\circ$ ,测量主轴跳动误差。

### 5.14 测角仪角度单向重复性的测定

将经纬仪或 36 面体安装在测角仪  $\theta$  轴或  $2\theta$  轴上,调整好测角水平,以平行光管零线为基准,调整经纬仪,以测角仪任意角度为测量角度,单向重复测量 10 次,取最大与最小测量值的差值为测角仪转角累积误差。

### 5.15 测角仪单向转角累积误差的测定

经纬仪安装对零按 5.14 操作,测角仪  $2\theta$  轴每转  $10^\circ$  测一次,单向测量 18 次; $\theta$  轴每转  $10^\circ$  测一次,单向测量 30 次,正负极限偏差的绝对值之和为测角仪单向转角累积误差。

### 5.16 射线比释动能率的测定

#### 5.16.1 测量条件

- a) 钨靶 X 射线管;
- b) 管电压  $50\text{kV}$ ;
- c) 功率:额定功率。

#### 5.16.2 测量方法

散射线比释动能率:用伦琴计(毫伦计)在防护罩外距防护罩  $50\text{mm}$  工作处,打开窗口进行测量。

漏射线比释动能率:用伦琴计(毫伦计)在距管套  $50\text{mm}$  处,关闭窗口进行测量。

## 6 检验规则

## 6.1 出厂检验

6.1.1 凡出厂产品必须经制造厂质量检验部门按出厂检验项目逐个进行检验,签发产品合格证后方可出厂。

6.1.2 出厂检验项目按 4.2,4.3 进行。

## 6.2 型式试验

6.2.1 型式试验每年不得少于一次。凡属下列情况之一者应按本标准规定的项目做型式试验:

- a) 试制的新产品(包括老产品转厂生产的定型鉴定);
- 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。

6.2.2 衍射仪的抽样方法和判定原则按 GB/T2829 进行。

- a) 不符合 4.2.1,4.2.2,4.2.3,4.2.4,4.3 要求时为 B 类缺陷,不符合 4.2.5~4.2.13 为 C 类缺陷;
- b) 选用一次抽样,抽取样本  $n_1=3$ ,判别水平选用 I,不合格质量水平(RQL)选用 30,判定数  $A_c=0, R_c=1$ ;
- c) 当三个单位产品中有一个 B 类或 C 类缺陷时为 B 类不合格或 C 类不合格;缺陷数为 0,为合格产品。

6.2.3 型式检验项目按 6.1.2 和 7.3 进行。

## 7 标志、包装、运输、贮存

### 7.1 标志

每台 X 射线衍射仪应在主机明显适当的位置固定铭牌(标志),其内容包括下列各项:

- a) 规格,型号;b) 主要技术参数;c) 制造日期或编号;d) 制造厂名及商标。

### 7.2 包装

7.2.1 X 射线衍射仪的包装检查应按 GB/T 15464 中有关规定执行。

7.2.2 包装箱内应严格按 JB/T 9329 中规定的条件以保证包将质量。

7.2.3 包装箱外壁上文字和标志应清楚,而且不应因搬运摩擦而模糊不清。其内容包括下列各项:

- a) 产品外称;
- b) 收货单位和地址及邮编;
- c) 发货单位和地址及邮编;
- d) 包装箱应标有“小心轻放”、“向上”、“怕湿”等标志,并符合 GB 191 规定的包装储运标志的图形和名称;
- e) 产品执行标准编号及名称(可在产品说明上标注)。

7.2.4 包装箱内应附有下列文件:

- a) 产品装箱单两份;b) 产品合格证一份;c) 产品说明书两份;

### 7.3 运输和贮存

7.3.1 X 射线衍射仪的运输、运输贮存环境条件应符合 4.1.2 的规定。

7.3.2 X 射线衍射仪运输时应防止震动和碰撞,并遵守包装箱外壁上文字和标志的图形和名称的规定要求。

7.3.3 X 射线衍射仪贮存地点及周围环境不应含有腐蚀性气体,环境温度、空气相对湿度应符合 4.1.2 的规定。库内保持空气流通,地面干燥。