

# EJ

## 中华人民共和国核行业标准

EJ/T 553-91

---

### 矿物晶胞参数的测定 粉末X射线衍射法

1991-10-11发布

1992-03-01实施

---

中国核工业总公司 发布

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了粉末X射线衍射法测定矿物晶胞参数的适用范围、仪器、试验步骤、测定结果的计算及方法的精密度。

本标准适用于已知矿物晶胞参数的测定，也适用于其它多晶材料晶胞参数的测定。

### 2 引用标准

GB 5225 金属材料定量相分析 X射线衍射K值法

### 3 原理

晶胞参数是矿物晶体结构的重要参数之一，它包括轴长 $a$ 、 $b$ 、 $c$ 和轴角 $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$ ，粉末X射线衍射仪法测定晶胞参数是一种间接方法。一种矿物相的粉末X射线衍射花样是该物相晶体结构特性的表征，它以各衍射峰的峰位、峰形和强度表示。

根据粉末衍射花样标明衍射峰位的掠射角 $\theta$ 和测量选用的X射线波长 $\lambda$ ，按照布拉格公式： $\lambda=2d\sin\theta$ ，可以求出各衍射峰对应的面网间距 $d$ 值。各种矿物的晶胞参数，依照其所属晶系的不同，可以写成面网间距及相应衍射指数的不同函数形式。例如等轴晶系即由下式表达：

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

式中： $h$ 、 $k$ 、 $l$ ——衍射指数；

$d$ ——面网间距，nm；

$a$ ——晶胞轴长，nm。

本方法是利用粉末X射线衍射仪，通过对掠射角 $\theta$ 的精确测定，并采用计算机最小二乘法修正程序，最后计算出矿物的晶胞参数值。

### 4 仪器

4.1 粉末X射线衍射仪的综合稳定度应优于1%（综合稳定度的定义见GB 5225第3.1条）。

4.2 测角仪的测角精度应小于等于 $0.01^\circ$ 。测角仪 $2\theta$ 角的读数零点的仪器零点应尽量一致，若两者差值大于等于 $0.01^\circ$ 时，应对测量的 $2\theta$ 值加以校正。

## 5 样品

### 5.1 待测样品的要求

样品必须经过认真挑选，样品中的杂质含量，以不影响晶胞参数的测定为宜。

### 5.2 内标样品与内标试样

#### 5.2.1 内标样品的要求：

- a. 物理、化学性质稳定，测试过程中不发生分解；
- b. 衍射峰在高角度和低角度都有分布；
- c. 与待测样品的衍射峰重叠数目要少；
- d. 已有资料（如JCPDS卡片）中给出较高精度的d值；
- e. 一般常用的内标样品如硅、刚玉、石英、钨、金、银等。

#### 5.2.2 内标试样的条件与要求：

- a. 待测样品与内标样品经充分混合成为内标试样；
- b. 内标样品在内标试样中的相对含量，应以保证待测样品与内标样品的X射线衍射峰都有一定强度为宜。

### 5.3 试样的制备

5.3.1 无论单一矿物样品或混合样品，都要针对其不同特点，分别采用适当方法进行粉碎和研磨，使样品粉末的直径约为 $1\sim 10\mu\text{m}$ 。

#### 5.3.2 试样的制备程序：

- a. 采用适于各型号衍射仪的试样框架，应确保测试过程中，X射线的照射区域不超出试样表面；
- b. 将适量样品粉末装入试样框内，适当施压成型，确保试样表面平整；
- c. 装好的试样表面应与试样框架基准面保持严格一致；
- d. 对于试样厚度一般无统一要求，但对于吸收系数小的轻元素组成的样品，制成薄试样会使测量精度更高；
- e. 对于容易产生择优取向的片状、针状矿物样品，可采用喷雾沉降法或其它特殊制样方法。

## 6 试验步骤

### 6.1 测量条件

本标准只对一些测量条件给出原则范围，依据仪器型号和试样的不同，测量条件允许有些差异。

#### 6.1.1 测角仪狭缝

发散狭缝： $1^\circ$ ；接收狭缝小于等于 $0.2\text{mm}$ 。

#### 6.1.2 扫描方式和速度

步进扫描：每步 $0.01\sim 0.03^\circ$ ，测量时间为 $0.5\sim 1\text{ s}$ ；

连续扫描： $1\sim 4^\circ/\text{min}$ ；

扫描范围： $3\sim 100^\circ 2\theta$ 。

### 6.1.3 时间常数

步进扫描： $2\sim 4\text{ s}$ ；

连续扫描： $1\sim 2\text{ s}$ 。

### 6.1.4 环境温度

环境温度控制在 $22\pm 3^\circ\text{C}$ 范围内，并记录测量时的环境温度。

## 6.2 测量值 $2\theta$ 角的校正

如果测角仪符合4.2的规定要求，且制样方法正确无误，而对标准样品（例如高纯硅粉）试样的多次测量中，发现测量值 $2\theta$ 与JCPDS卡片给出的 $2\theta$ 值的差值（ $\Delta 2\theta$ ）有明显偏差，且都偏向同一方向，说明仪器存在系统误差，需对测量值 $2\theta$ 进行校正。

### 6.2.1 内标校正

6.2.1.1 按5.2配制内标试样。

6.2.1.2 按5.3制备内标试样，按6.1选择测量条件，然后进行数据收集，测定峰位。

6.2.1.3 将实测的一组内标样品的 $2\theta$ 值与JCPDS给出的相应 $2\theta$ 值对比，计算出一组差值 $\Delta 2\theta$ 。

6.2.1.4 以上述 $\Delta 2\theta$ 为纵坐标， $2\theta$ 为横坐标，绘制出校正曲线。

6.2.1.5 按上述校正曲线，对内标准样中待测样品的 $2\theta$ 值进行校正。

### 6.2.2 外标校正

为了保留待测样品或因加入内标样品后衍射峰重叠太多而无法作内标校正时，常常使用外标校正。

外标校正方法与内标校正方法类似，只是无需作内标试样，分别对标准样品和待测样品进行制样和实验测量，然后进行校正。

## 6.3 测量步骤

6.3.1 对待测矿物进行X射线物相分析鉴定，允许出现少量杂质线。

6.3.2 收集待测矿物试样的衍射数据。

6.3.2.1 如不需要 $2\theta$ 角校正，则按5.1和5.3要求制备待测矿物试样，按6.1选取测量条件进行数据收集，直接测得 $2\theta$ 值。

6.3.2.2 如采用内标校正，则按6.2.1进行。

6.3.2.3 如采用外标校正，则按6.2.2进行。

## 7 结果计算

为提高计算效率和精度，采用计算机粉末衍射数据指标化及晶胞参数最小二乘法修正程序，例如采用9214程序或PW1865程序。这些程序在输入校正后的衍射数据（ $2\theta$ 或 $d$ 值）及该矿物的一些参数之后，可计算出晶胞参数。

计算过程中对照JCPDS卡片有关矿物衍射数据，检查初步计算结果，改正错误的

衍射指数，删去个别误差较大的衍射线，反复计算几次，才能得到最终结果。

也可采用其它类似的计算机程序或人工计算。

## 8 精密度

采用本标准方法的测量条件，测定了三种不同晶系矿物的晶胞参数，其中等轴晶系矿物方铅矿，通过实验室间的测定，确定了标准测试方法的重复性和再现性：

晶胞参数平均值： $m=0.59366\text{nm}$

重复性： $r=7\times 10^{-5}\text{nm}$

再现性： $R=8\times 10^{-5}\text{nm}$

---

### 附加说明：

本标准由中国核工业总公司地质局提出。

本标准由核工业北京地质研究院负责起草。

本标准主要起草人：雒克定、刘济民。

