

示为 1101，其首位为 1，给出校正标志，要求在其前各位都加 1。同时，1011 码通过“数模转换器 II”产生与  $-3$  等值的模拟电压  $-3.000$  伏，在“ $\times 8$  放大器 II”输入端与  $-2.73$  伏相减：

$$-2.73 - (-3) = +0.25 \text{ (伏).}$$

所得差值  $+0.25$  伏经“ $\times 8$  放大器 II”放大后为  $+0.5$  伏。

第三拍： $+0.5$  在  $+0.4$  与  $1.4$  之间，经 A/D 被认为是  $1$ ，用二进制码表示为 0001，通过“数模转换器 III”产生与  $1$  等值的模拟电压  $1.000$  伏，在“ $\times 8$  放大器 III”输入端与  $+0.5$  伏相减：

$$0.5 - 1 = -0.5 \text{ (伏)}$$

所得差值  $-0.5$  伏经“ $\times 8$  放大器 III”放大后为  $-3$  伏。

第四拍： $-3$  在  $-2.4$  与  $-3.4$  之间，经 A/D 被认为是  $-3$ ，用二进制数补码表示为 1101，其首位为 1，给出校正标志，要求在其前各位都加 1。至此经“A/D”的转换都已完成，在全加器中将每拍所得结果按位相加并进行误

差校正：

|                    |   |
|--------------------|---|
| 第一拍得 ( $+2$ ):     | 0010                                    |
| 第二拍得 ( $-3$ ):     | 1111101 (校正)                            |
| 第三拍得 ( $+0.1$ ):   | 0001                                    |
| 第四拍得 ( $-0.003$ ): | <u><math>+1111111111011</math></u> (校正) |
|                    | 0001101000101                           |

相加结果得到 0001101000101，首位为 0 表示正数，其余 12 位刚好为 8 进制的  $1.505$ 。

#### 四、7601 型模数转换器

根据上述原理，我们研制成一台 7601 型带误差校正的并串行模数转换器，全部采用国产元器件，现已达到这样的技术指标，包括采样保持时间，全部转换时间为 9.6 微秒，满刻度量程为  $\pm 2048$  毫伏，精度为 12 位二进制位。后来根据工作需要作成双通道工作方式，每个通道转换速度为 50 千赫，单通道工作时转换速度为 100 千赫。目前，该项工作已推广到北京市东城区东四电子仪器三厂。

## 不用纯试样 X 射线多相定量分析新方法

刘 沃 垣

(包头钢铁公司冶金研究所钢种室)

### 引 言

物质中各种类型的相的形态、晶体结构及分布，对物质的物理化学性能有决定性的影响。研究这些相的分析方法称为相分析法。根据这些相的 X 射线衍射花样及衍射强度，可以定出各相在物质中的重量分数，称为 X 射线定量相分析法，它在科研和生产中有重要的应用。但是过去由于此法分析程序复杂、纯试样制备困

难以及有的相衍射花样重叠等原因，限制了它的广泛应用。近几年 F. H. Chung 提出了基本抵消法<sup>[1]</sup> 和非内标法<sup>[2]</sup>，简化了分析程序，提高了微量相的分析灵敏度。随后，我们也发展了一些分析方法，如不用纯试样求参考强度的联立方程法，自身内标法，重叠线分离法等等。所有这些新方法都在一定程度上克服了过去的分析困难，使 X 射线定量相分析技术在科研和生产中发挥更大的作用。另外，这些新的数学处理方法在其他物理量的检测工作中，也有一定

的参考意义。

## 一、基本抵消法原理

本方法通过在试样中加入内标相的方法，基本上抵消了试样吸收系数对被测相衍射强度的影响(异常吸收未抵消)，建立了被测相重量分数和衍射强度的线性方程，实现了从作图分析到数学分析的过渡，从而简化了分析程序，节省了分析时间。下面推导此法的基本方程式。

当一束单色X射线投射到多相混合物的试样上时，混合物中的 $i$ 相某特定衍射晶面就会衍射出X射线，我们在记录仪器上记录到的衍射线积分强度 $I'_i$ 和 $i$ 相的重量分数 $x'_i$ 之间有如下关系式：

$$I'_i = AR_i \frac{x'_i / \rho_i}{\mu'}, \quad (1)$$

其中， $A$ ——与衍射仪半径、计数管、定标器等有关的仪器常数； $R_i$ ——与 $i$ 相的性质、衍射角的大小、X射线波长有关的常数； $\rho_i$ —— $i$ 相的密度； $\mu'$ ——混合物的质量吸收系数。

因为 $\mu'$ 是和混合物中各相含量有关的常数，所以式(1)不是线性方程。当我们在混合物中加入已知重量分数 $x_c$ 的内标相 $C$ 后，新混合物质量吸收系数变为 $\mu$ ， $i$ 相在新混合物中的重量分数变为 $x_i$ ，而且有关系式：

$$x'_i = \frac{x_i}{1 - x_c}, \quad (2)$$

我们测定了 $i$ 相及内标相 $C$ 各自一条互不干扰的特定衍射晶面的衍射线积分强度 $I_i$ 、 $I_c$ 后，对 $I_i$ 及 $I_c$ 有如下方程式：

$$I_i = AR_i \frac{x_i / \rho_i}{\mu}, \quad (3)$$

$$I_c = AR_c \frac{x_c / \rho_c}{\mu}. \quad (4)$$

将上面二式相除，得下式：

$$\frac{I_i}{I_c} = \frac{R_i \rho_c}{R_c \rho_i} \cdot \frac{x_i}{x_c} = K_i \frac{x_i}{x_c}.$$

得

物理

$$x_i = \frac{I_i x_c}{K_i I_c}. \quad (5)$$

式中 $K_i$ 称为参考强度，是一个与 $i$ 相和内标相 $C$ 的性质、衍射角的大小以及X射线的波长有关的常数。公式(5)已经消去了试样吸收系数这个变数而变为一个线性方程。由于 $x_c$ 是称量实测的， $I_i$ 、 $I_c$ 又已测定，只要知道常数 $K_i$ 后，便可以求出 $x_i$ 及 $x'_i$ 。因此本方法分析程序较传统的内标法简便得多。从式(5)可得

$$K_i = \frac{I_i x_c}{I_c x_i}. \quad (6)$$

当我们把纯相 $i$ 和内标相 $C$ 按适当比例混合，例如按1:1重量比混合，再测定此混合物特定衍射晶面的 $I_i$ 、 $I_c$ 时，就可以定出

$$K_i = \frac{I_i}{I_c} \cdot \frac{0.5}{0.5} = \frac{I_i}{I_c}. \quad (7)$$

基本抵消法可以单独测混合物中 $i$ 相的重量分数，也可以全部测定所有结晶相的重量分数。假如我们测定出所有的 $x_i$ ( $i = 1, 2, \dots, n$ )后，发现 $\sum x'_i < 1$ 。则可以认为混合物中存在非晶相或微晶相。由公式

$$1 - \sum x'_i = x'_a. \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (8)$$

可以求出非晶相或微晶相的重量分数 $x'_a$ 。

## 二、非内标法原理

本方法特点是在混合物中不必加入内标相，而是通过归一化条件消除了试样吸收系数的影响。推导方法如下：

对于 $n$ 个相的混合物，假定 $n$ 个相对特定内标物质的 $K_i$ 值均为已知，我们分别测定 $n$ 个相的某特定衍射晶面的衍射线积分强度 $I_i$ ，即得

$$I'_i = \left( \frac{AR_i}{\rho_i \mu'} \right) x'_i = K'_i x'_i, \quad (i = 1, 2, \dots, n). \quad (9)$$

假定混合物中没有非晶相或微晶相，便有方程  
 $\sum x'_i = 1. \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (10)$

因为

$$\frac{I'_i}{I'_i} = \frac{K'_i}{K_i} \cdot \frac{x'_i}{x'_i},$$

又

$$\frac{K'_i}{K_i} = \frac{\frac{AR_1}{\rho_i \mu'}}{\frac{AR_i}{\rho_i \mu}} = \frac{R_1 \rho_i}{R_i \rho_1} = \frac{\frac{R_1 \rho_c}{R_c \rho_1}}{\frac{R_i \rho_c}{R_c \rho_i}} = \frac{K_1}{K_i},$$

$$(i = 1, 2, \dots, n)$$

所以

$$\frac{I'_i}{I'_i} = \frac{K_1}{K_i} \cdot \frac{x'_i}{x'_i}. \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (11)$$

由

$$x'_i = \left( \frac{K_1}{K_i} \cdot \frac{I'_i}{I'_i} \right) x'_i, \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (12)$$

计算得

$$\sum x'_i = \sum \left( \frac{K_1}{K_i} \cdot \frac{I'_i}{I'_i} \right) x'_i = 1,$$

$$(i = 1, 2, \dots, n)$$

就得到

$$x'_i = \frac{\frac{I'_i}{K_1}}{\sum \frac{I'_i}{K_i}}. \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (13)$$

将(13)式代入(12)式,可得

$$x'_i = \frac{\frac{I'_i}{K_1}}{\sum \frac{I'_i}{K_i}}. \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (14)$$

从(14)式可知,多相混合物任一相的重量分数,可直接利用混合物的X射线衍射花样上的积分强度及各相的参考强度得到。公式(14)已消去试样的质量吸收系数,这就减少了加入内标相后衍射花样发生重叠的机会,提高了微量相的分析灵敏度,但对含有大量非晶相或微晶相的混合物,本方法是无效的。本方法也要求同时知道所有相的参考强度  $K_i$  及测量所有特定衍射线积分强度。

另外我们认为如混合物中含有已知重量分数的非晶相或微晶相  $x'_a$ ,则

$$\sum x'_i = 1 - x'_a. \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (15)$$

相应地

$$x'_i = \frac{\frac{I'_i}{K_1} (1 - x'_a)}{\sum \frac{I'_i}{K_i}}, \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (16)$$

$$x'_i = \frac{\frac{I'_i}{K_1} (1 - x'_a)}{\sum \frac{I'_i}{K_i}}. \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (17)$$

如非晶相不计算在重量分数之内,则(14)式表示第  $i$  个结晶相相对所有结晶相的重量分数,例如含游离碳的钢中碳化物相的定量分析就可以这样进行。

### 三、联立方程法原理

上述的基本抵消法及非内标法,由于需要知道  $K_i$  值,所以必需事先制备混合物中欲测相的纯相或制备混合物试样中全部纯相,但这是非常麻烦而且往往是很难制备的。下面导出的方法使我们不必事先制备纯相,只要知道衍射强度便能求出  $K_i$  值,从而求出各相重量分数。

假定我们要测定样品中  $n$  个相的重量分数,同时我们又有  $n$  个不同含量比的试样,或者是我们已经用不纯相配制含有  $n$  个相的不同含量比的  $n$  个试样(配成的试样不要求知道各相重量分数),当我们对第一个试样加入重量分数为  $x_{cl}$  的内标相  $C$ ,按抵消法应有如下强度方程:

$$x_i = \frac{I_{it} x_{cl}}{K_i I_{cl}} = \frac{M_{it}}{K_i},$$

$$\left( M_{it} = \frac{I_{it}}{I_{cl}} x_{cl}, \quad i = 1, 2, \dots, n \right) \quad (18)$$

以及

$$\sum x_i = 1 - x_{cl} = D_1, \quad (i = 1, 2, \dots, n)$$

即

$$\sum \frac{M_{it}}{K_i} = D_1, \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (19)$$

类似地,当我们对第  $i$  个试样加入内标相  $C$  后,

设其重量分数为  $x_{ci}$ , 即可得

$$\sum \frac{M_{ij}}{K_i} = D_{ji}, \quad \left( M_{ji} = \frac{I_{ij}}{I_{ci}} x_{ci}, \quad D_{ji} = 1 - x_{ci} \right) \\ (i, j = 1, 2, \dots, n) \quad (20)$$

这是  $n$  个方程  $n$  个未知数的联立方程式, 其解为

$$\frac{1}{K_i} = \frac{\Delta_{ki}}{\Delta}. \quad (21)$$

这里  $\Delta$  的矩阵元为  $M_{ij}$ , 以  $D_{ji}$  代替上面行列式中的  $M_{ij}$ , 即得  $\Delta_{ki}$ .

$K_i$  值求出后, 便可以代入基本抵消法有关公式求出实验用试样的重量分数。本方法与抵消法一样, 所求出的  $K_i$  值和纯相求出的  $K_i$  值一样, 仅对本实验室本系统试验样品条件下有常数意义。

本方法对含有少量非晶相或微晶相的试样, 在实验误差范围内仍可使用, 对于含有大量非晶相或微晶相的试样, 则不能用此方法。但如果能设法知道各样品的非晶相或微晶相的重量分数  $x'_{ai}$  ( $i = 1, 2, \dots, n$ ), 则公式 (20) 中的  $D_{ji}$  变为  $D_{ji1}$ 。而且

$$D_{ji1} = (1 - x_{ci}) \times (1 - x'_{ai}), \quad (22)$$

再把  $D_{ji1}$  代入 (20)、(21) 式求解。

如果各试样的吸收系数近似, 则不必加内标物质, 方程 (20) 变为

$$\sum \frac{I'_{ji}}{C_i} = 1, \quad (i, j = 1, 2, \dots, n) \quad (23)$$

$$x'_{ji} = \frac{I'_{ji}}{C_i}. \quad (i, j = 1, 2, \dots, n) \quad (24)$$

当各试样质量吸收系数近似  $x'_{ji}$  为重量分数, 如各试样线吸收系数近似, 则  $x'_{ji}$  为体积分数。假如用金属试样, 则要考虑试样中各相的择优取向, 取若干不同方向的试样面测量各相衍射线积分强度, 取平均值代入 (23) 式求解。但如果各样品中各相的择优取向均成一定规律的话, 则 (23) 式有自动消除试样择优取向影响的作用, 可以求出各相正确的重量分数或体积分数。

如果混合物中某些相, 它们的  $K_i$  值已知, 则可先求出其重量分数, 再从  $D$  值中减去它们

的重量分数, 则不同含量试样数可以减少。

#### 四、重叠线分离法原理

假定混合物中有  $n$  个相, 各相  $K_i$  值为已知, 而且  $K_a \neq K_b$ , 其中  $a, b$  二相衍射线重叠无法分离。当我们在混合物中混入重量分数为  $x_c$  的内标相  $C$ , 按抵消法求得除  $a, b$  二相外各相重量分数  $x_i$ , 并已测量  $a, b$  相某特定衍射线重叠线的积分强度  $I$ , 则应有:

$$I = I_a + I_b, \quad (25)$$

又可得

$$x_a + x_b = 1 - x_c - \sum x_i = D'. \\ (i = 1, 2, \dots, n) \quad (i \neq a, b) \quad (26)$$

但因为

$$x_a = \frac{x_c}{K_a I_c} I_a = A' I_a, \quad \left( A' = \frac{x_c}{K_a I_c} \right) \quad (27)$$

$$x_b = \frac{x_c}{K_b I_c} I_b = B' I_b, \quad \left( B' = \frac{x_c}{K_b I_c} \right) \quad (28)$$

故可得联立方程式:

$$\begin{cases} A' I_a + B' I_b = D', \\ I_a + I_b = I. \end{cases} \quad (29)$$

求解出  $I_a, I_b$  后, 代入 (27)、(28) 式可得:

$$x_a = D' - x_b, \quad x_b = \frac{D' - A' I}{1 - \frac{K_b}{K_a}}. \quad (30)$$

#### 五、自身内标法原理

设混合物中有  $n$  个相, 它们对特定内标物质的参考强度  $K_i$  均为已知, 当我们测定它们各自一条互不干扰的衍射线强度  $I'_i$  后, 即得到前面非内标法的方程 (11)。这时我们再在混合物中掺入与混合物中存在的 ① 相一样的纯相 ①, 设掺入重量分数为  $x_c$ 。再分别测定第 ① 和第  $i$  两相衍射强度  $I_{11}$  和  $I_{1i}$ , 因为 ① 相的衍射强度是由原始重量分数的 ① 相的强度  $I_{11}$  及后加入的纯相 ① 相的强度  $I_{12}$  之和组成。即

$$I_{1i} = I_{11} + I_{12}, \quad (31)$$

另外,由原来的重量分数组成的  $I_{ii}$  和第  $i$  个相的强度  $I_i$  也有如下关系式:

$$\frac{I_{ii}}{I_i} = \frac{K_1}{K_i} \cdot \frac{x'_i(1-x_c)}{x'_i(1-x_c)}. \quad (32)$$

代入方程(11)后,可得

$$\frac{I'_1}{I'_i} = \frac{I_{ii}}{I_i},$$

即

$$I_{ii} = \frac{I'_1 I'_i}{I'_i}. \quad (33)$$

从(31)式,可得

$$I_{12} = I_1 - I_{ii}. \quad (34)$$

又从公式

$$I_{12} = AR_1 \frac{x_c/\rho_1}{\mu},$$

$$I_{ii} = AR_1 \frac{x'_i(1-x_c)/\rho_i}{\mu},$$

得

$$\frac{I_{12}}{I_{ii}} = \frac{x_c}{x'_i(1-x_c)},$$

所以

$$x'_i = \frac{x_c}{1-x_c} \cdot \frac{I_{ii}}{I_{12}}. \quad (35)$$

$x'_i$  求出后,便可以代入(11)式求  $x'_i$  ( $i = 2, 3, \dots, n$ ).

## 六、 $K_i$ 值的转换因素

### (1) 内标物质转换因素

设内标相  $c_1$  对  $i$  相的  $K_i^1$  值为已知。内标相  $c_2$  对内标相  $c_1$  的  $K_1^2$  值亦已知,试求出内标相  $c_2$  对  $i$  相的  $K_i^2$  值。由公式

$$K_i^1 = \frac{R_i \rho_1}{R_1 \rho_i},$$

$$K_1^2 = \frac{R_1 \rho_2}{R_2 \rho_1},$$

二式相乘

$$K_i^1 \cdot K_1^2 = \frac{R_i \rho_1}{R_1 \rho_i} \cdot \frac{R_1 \rho_2}{R_2 \rho_1} = \frac{R_i \rho_2}{R_2 \rho_i} = K_i^2.$$

所以

$$K_i^2 = K_i^1 \cdot K_1^2. \quad (36)$$

### (2) 换靶因素

设混合物中  $a$  相和内标相  $C$  在波长为  $\lambda_1$  的 X 射线实验中,它们的特定衍射晶面的积分强度为  $I_{a1}, I_{c1}$ ,  $a$  相参考强度为  $K_a'$ 。现在用波长为  $\lambda_2$  的 X 射线再作实验,得出  $I_{a2}, I_{c2}$ , 试求转换因素。由抵消法公式可知,对于重量分数为  $x_a$  的  $a$  相及重量分数为  $x_c$  的内标相  $C$  有如下方程:

$$x_a = \frac{I_{a1} x_c}{K_a' I_{c1}},$$

$$x_a = \frac{I_{a2} x_c}{K_a'^2 I_{c2}}.$$

二式相除可得

$$K_a^2 = K_a' \cdot \frac{I_{a2} I_{c1}}{I_{a1} I_{c2}}. \quad (37)$$

### (3) 换衍射晶面因数

设混合物中  $i$  相  $(h_1 k_1 l_1)$  衍射晶面,对内标物质  $C$  的参考强度  $K_{ii}$  为已知。现在要转换为  $(h_2 k_2 l_2)$  衍射晶面的  $K_{i2}$ , 求转换因素。

因为  $x_i = \frac{I_{ii} x_c}{K_{ii} I_c}$ , (对  $h_1 k_1 l_1$  晶面)

$$x_i = \frac{I_{i2} x_c}{K_{i2} I_c}. \quad (\text{对 } h_2 k_2 l_2 \text{ 晶面})$$

二式相除可得

$$\frac{K_{i2}}{K_{ii}} = \frac{I_{i2}}{I_{ii}}, \quad (38)$$

$\frac{I_{i2}}{I_{ii}}$  就是  $i$  相纯相  $(h_2 k_2 l_2)$  和  $(h_1 k_1 l_1)$  二衍射晶面衍射强度之比,可以从纯相求得。

## 七、实际定量时应注意的问题

上面介绍的新方法都是严格推导的,没有任何假定和近似,实际应用时应根据样品实际情况适当选用方法。至于定量分析的精确度完全取决于测量衍射线积分强度的实际误差。为

表1 成份和强度数据

| 试 样 | 成 份                | 重 量 (g) | 重 量 分 数<br>(wt%) | 积 分 强 度<br>(任意单位) | 衍 射 品 面 (hkl) | 晶 粒 度   | 参 考 强 度<br>(K <sub>r</sub> ) |
|-----|--------------------|---------|------------------|-------------------|---------------|---------|------------------------------|
| 1   | PbZrO <sub>3</sub> | 2.7345  | 53.04            | 7562              | (040)+(122)   | 1—1.5 μ | 1.000                        |
|     | SiO <sub>2</sub>   | 2.4210  | 46.95            | 2205              | (101)         | 6—15 μ  | 0.329                        |
| 2   | PbZrO <sub>3</sub> | 2.1485  | 46.97            | 5503              | (040)+(122)   | 1—1.5 μ | 1.000                        |
|     | CaF <sub>2</sub>   | 2.4255  | 53.02            | 2003              | (111)         | 6—15 μ  | 0.322                        |
| 3   | PbZrO <sub>3</sub> | 1.5188  | 38.49            | 5145              | (040)+(122)   | 1—1.5 μ | 1.000                        |
|     | SiO <sub>2</sub>   | 0.5546  | 14.05            | 662               | (101)         | 10—15 μ | 0.329                        |
|     | CaF <sub>2</sub>   | 1.8723  | 47.45            | 2212              | (111)         | 10—15 μ | 0.322                        |
| 4   | PbZrO <sub>3</sub> | 1.5909  | 41.20            | 5876              | (040)+(122)   | 1—1.5 μ | 1.000                        |
|     | SiO <sub>2</sub>   | 1.7426  | 45.13            | 3310              | (101)         | 10—20 μ | 0.329                        |
|     | CaF <sub>2</sub>   | 0.5280  | 13.67            | 660               | (111)         | 15—30 μ | 0.322                        |

表2 三种方法求出的重量分数

| 试 样 | 成 份                | 联 立 方 程 法      |       | 抵 消 法 | 非 内 标 法 |
|-----|--------------------|----------------|-------|-------|---------|
|     |                    | K <sub>r</sub> | wt%   |       |         |
| 3   | PbZrO <sub>3</sub> | 1.000          |       |       | 36.70   |
|     | SiO <sub>2</sub>   | 0.341          | 14.52 | 15.05 | 14.34   |
|     | CaF <sub>2</sub>   | 0.352          | 47.01 | 51.39 | 48.95   |
| 4   | PbZrO <sub>3</sub> | 1.000          |       |       | 40.06   |
|     | SiO <sub>2</sub>   | 0.341          | 45.60 | 47.22 | 45.88   |
|     | CaF <sub>2</sub>   | 0.352          | 13.26 | 14.46 | 14.04   |

了提高定量的精确度，特提出一些工作经验供参考。

(1) 测量参考强度用的纯相，应尽量采用原试样中的原相。

(2) 尽量采用稳定性高的X射线衍射仪，电源电压也要平稳。

(3) 试样应磨细至晶粒度在1—2 μ之间，并且各试样应保持一致。

(4) 把粉末试样放到试样架上的方法步骤在各次实验中应保持不变。压试样时压力要小，而且要恒定。样品表面要平而粗糙。

(5) 样品要反复装填制样若干次，每次制物理

样后还要重复测量数次，取平均值后还要计算其相对标准偏差。一般相对标准偏差不应大于百分之三。

(6) 应使各试样成为无规取向试样，或者是所有试样中各相自成一致的组织度。检查并弃去组织度异常的数据。

(7) 测量积分强度应采用扫描记数法等精度较高的方法，峰值处定点计数误差很大不宜采用。

(8) 总之采用上述的一些方法，可以得到很准确的结果，但是也要耗用相当多的分析时间。假如我们对数据精度要求不高，采用简化步骤

也可以得到一定的准确结果。其法如下：

我们使用 D-6 CX 射线衍射仪，用 Cu 靶、Ni 滤波、管压 30 kV、管流 12 mA、光栏是  $DS = 1^\circ$ 、 $RS = 0.3 \text{ mm}$ 、 $SS = 1^\circ$ 、扫描速度  $2\theta = 0.5^\circ/\text{分}$ ，用自动记录方法、记录纸速度 2 cm/min、时间常数 4 秒、放大器  $16 \times 1$ ，用闪烁计数管记录。试样晶粒度见表 1。装粉末试样时，先将 02 号金相砂纸置于玻璃板上，再将铝质试样架放在它的上面，然后把粉末样品放在试样架上，用手指轻压粉末使成形。试样只做一个，同时反复测量 4 次。把记录下来

的各相衍射图，用剪刀剪下，四次测量的衍射图放在一起，用分析天平称量，即为积分强度。具体数据见表 1、表 2。

从上面二表可知，使用快速的定量分析法也能得到相当精确的结果。

## 参 考 文 献

- [1] F. H. Chung, *J. Appl. Cryst.*, 7(1974a), 519—526.
- [2] F. H. Chung, *J. Appl. Cryst.*, 7(1974b), 526—531.

# 一种简便而稳定的用于光学 和电学实验的恒温器

赵世富

(中国科学院物理研究所)

为研究物质在低温下的光学性质，我们在 G. H. Lesch 等人<sup>[1]</sup>设计的低温光学实验用恒温器的基础上作了改进，设计了一具光学和电学实验用低温恒温器(图 1)。既保持了 [1] 中恒温器的结构简单的优点，又提高了恒温精度，还使样品能在光路中作适当调节。

样品架由整块黄铜做成(图 2)，它具有较大的热容和较好的导热性，当样品需要加电压时，可在样品架与样品(例如晶体)间用厚 0.06 mm 的聚四氟乙烯薄膜作电的绝缘，又能保持较好的热接触，以保证样品加热均匀。

引出口的外管是黄铜管。所有导线引出之前，在一个类似于绕线轴的黄铜轮上绕一圈，此黄铜轮与黄铜外管大面积的紧密接触，使引出线保持室温，以防止引出口处的真空密封胶因温度低而不能密封真空。

与[1]中的恒温器相比，我们主要作了下列改进：

1. 增加了第二热反射屏。第二热反射屏的

温度与样品架的温度非常接近，这就进一步减少了样品架与周围环境进行不必要的热交换，减少了样品内温场梯度，使样品各部分温度均匀。

2. 控温与测温都改用铜-康铜热电偶。与电阻温度计相比，铜-康铜热电偶在工作时没有较大的工作电流流过，不会破坏样品温度的稳定性。

3. 控温热电偶深埋在加热器中，并使它们保持良好的热接触，加热线圈选用漆包电阻线，以减少加热线圈与热电偶间的热惰性，使控温灵敏度增高。

4. 我们选用 DWT-702 精密温度控制仪控温。它将热电偶的输出讯号经 PID 调节后去控制可控硅的导通角，从而实现对加热器的加热电流进行准连续调节。这比用简单的继电器对加热电流作时断时续的控制更能使温度控制平滑、稳定和精确。为进一步提高控温精度，我们把 DWT-702 精密温度控制仪中原有的温度