

高等学校教学参考书

GAODENG XUEXIAO JIAOXUE CANKAOSHU

許守廉 蔡其巩 王世雄合編

**X射綫金属学实验指导书**



机械工业出版社

本书是为金属学、热处理工艺及设备专业的X射线金属学以及学生在作毕业论文时参考而编写的一本实验指导书。

书中包括十三个实验，阐述了研究金属及合金所常用的一些重要的X射线衍射分析方法，及其所涉及的基本原理、实验技术和计算方法。并附有具体的实例和计算中常用的一些图表和数据。

本书的主要对象是高等工业学校金属学热处理专业的学生；也可供生产、科研单位中的有关技术工作者参考。

## **X 射线金属学实验指导书**

許守廉 蔡其巩 王世雄合編

\*

第一机械工业部教材编审委员会編輯（北京复兴門外三里河第一机械工业部）

机械工业出版社出版（北京阜成門外南礼士路北口）

（北京市书刊出版业营业許可証出字第 117 号）

机械工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·各地新华书店經售

\*

开本  $787 \times 1092 \frac{1}{16}$  · 印張  $7 \frac{7}{8}$  · 字数 181 千字

1966 年 5 月北京第一版 · 1966 年 5 月北京第一次印刷

印数 0,001—3,300 · 定价（科五）0.95 元

\*

統一书号：K15033 · 4030

## 前 言

本书承高等工业学校金属学、热处理工艺及设备专业教材编审委员会的委托,根据1963年6月审订的高等工业学校本科五年制金属学、热处理工艺及设备专业X射线金属学教学大纲的规定,为该课程的实验教学以及学生在作毕业论文时参考而编写的一本实验指导书。

书中包括十三个实验,都是在研究金属及合金时常用的一些重要的X射线衍射分析方法,例如,相分的定性、定量分析,ASTM卡片的应用,衍射线条累积强度的计算及强度分布曲线的测量与解析处理,合金精细结构及位错密度的测定和钢中碳化物弥散度的测定等。此外,还详细阐述了X射线分析仪的构造、使用,德拜相的摄取和测算等基础性实验,以及X射线探伤检验等。

在每个实验中,都阐述了实验的基本原理,着重地介绍了各种具体实验技术和计算方法,并说明了实验的目的、任务、所需的仪器设备、工作步骤、实验间的联系与分工及对实验报告的要求等。此外,还附有供参考用的实例和分析计算中所常用的一些图表和数据。

为适应各校设备条件和需要的不同,在实验一中并举了目前应用最广的VEM型、JC-20型和YPC-70-K1型三种分析仪的电路特点、操作规程与注意事项,在实验十二中并举了四种精确测定点阵参数的方法,这虽使一些实验的篇幅不免偏多,但各校可根据需要任择其一,不必让学生全部了解。此外,考虑到“强度测量与处理”和“精细结构测定”等类的实验技术较繁,同时参考资料不多的情况,为了说清问题起见,实验六、九、十一等所占篇幅亦不免偏多,但这主要是为学生进行毕业论文时参考用的;如欲在课程中开出这类实验时,可参照各实验最后一节中的说明,选作实验中的适当部分。

为进一步贯彻“少而精”的原则,编者认为在本课程的实验教学中,选做实验一、二、三、四及十三即可满足最基础的要求,且实验二可只摄取铝的德拜相,实验三、四亦可考虑简化合并。其他实验可选一、二个做参观表演,或供课外学生小组选做,或供课程论文、毕业论文时参考。

凡此次教学大纲规定以外的内容,如有关单晶的研究方法及金属结构的测定等,在本指导书中均未列入。

本书的主要对象是高等工业学校金属学热处理专业的学生;但也可供研究生及工厂、科研单位中金属学热处理及热加工专业的技术工作者参考。

本书是以哈尔滨工业大学热处理专业用X射线金属学实验指导书为基础,根据1963年6月审订的教学大纲,经过扩充、修订与整理而成。参加编写的有许守廉、蔡其巩、王世雄等同志。

本书承大连工学院冯根源同志审校,对内容与修辞方面提出不少宝贵的修改意见,业经编者采纳。此外,俞寿兰、刘国斌等同志也为本书的实验与绘图等作了大量工作,在此一并致以衷心的感谢。

鉴于编者的水平有限,加以目前尚无公开出版的X射线实验指导书可供借鉴;因此,衷心希望兄弟院校的老师 and 同学们,对书中的缺点多多给予指正。

编 者

08635

## 目 录

|               |                                       |     |
|---------------|---------------------------------------|-----|
| 实验一           | X射线结构分析仪的了解                           | 1   |
| 实验二           | 德拜相的摄取                                | 14  |
| 实验三           | 德拜相的初步处理                              | 20  |
| 实验四           | 立方晶系物质德拜相线条的指数标定和点阵类型与点阵参数的确定         | 26  |
| 实验五           | 非立方晶系物质德拜相线条的指数标定和点阵类型与点阵参数的确定        | 31  |
| 实验六           | 衍射线强度分布曲线的测定及其解析处理                    | 36  |
| 实验七           | 立方晶系物质德拜相线条相对累积强度的计算                  | 45  |
| 实验八           | 利用ASTM衍射卡片进行定性分析                      | 49  |
| 实验九           | 热处理钢的相分分析及残余奥氏体的定量分析                  | 56  |
| 实验十           | 钢中碳化物弥散度的测定                           | 65  |
| 实验十一          | 嵌镶块大小与微观内应力平均值及位错密度的测定(利用线条真实宽度或初级消光) | 72  |
| 实验十二          | 点阵参数的精确测定                             | 85  |
| 实验十三          | X射线探伤检验                               | 101 |
| X射线金属学实验指导书附录 |                                       | 106 |

# 实验一 X射线结构分析仪的了解

## 一、目的与任务

了解结构分析用X射线仪及电子式X射线管的构造、使用、维护及技术保安；其任务包括：

- (1) 教师讲解和引导学生分析X射线仪的电路系统及其工作原理、各主要部件的作用与位置；
- (2) 讲解X射线仪的操作规程，并让每个学生进行开动或关闭的操作；
- (3) 解剖一个废X射线管；说明其各部分的作用以及X射线管的使用与维护等事项；
- (4) 对学生进行实验室规则及X射线技术保安的教育。

## 二、X射线的产生条件与基本装置

高速运动的电子受障碍物骤然阻止时，伴随着能量的转换就会发生X射线<sup>●</sup>。因此，产生X射线的条件为：

- (1) 自由电子的发射（例如加热灯丝）；
- (2) 在真空中，迫使这些自由电子朝一定方向加速运动，并获得尽可能大的速度（例如用高压电场）；
- (3) 在电子高速运动的途径上设置能骤然阻止电子运动的障碍物。

结构分析用X射线仪系由能完成上述各种要求的许多装置、控制器与仪表所组成；其中X射线管为获得电子及阻止电子运动从而发生X射线的装置；其余部分则为输入电流，进行调压、变压、整流、稳压以及用来控制、保安和获得高真空用的各种装置与仪表。

## 三、结构分析用电子式（热阴极式）X射线管

### (1) X射线管的构造

X射线管是具有阴、阳极，并处于高压下工作的高真空仪器。其构造如图1-1所示。

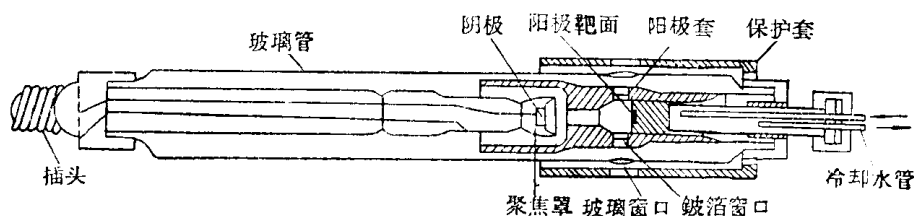


图1-1 结构分析用电子式X射线管简图。

阴极通常为用细钨丝绕成的螺线形灯丝；使用时通电加热至白热（2000~2500℃），即放出热辐射电子。电子流在管内高压电场的作用下，以高速冲击阳极靶面而产生X射线。

<sup>●</sup> 关于衍射用X射线的特点，教科书中已有详细的说明，此处从略。

为保证管内电子流的稳定，必须使管内保持很高的真空度（约达  $10^{-5} \sim 10^{-7}$  毫米汞柱的压力）。此外，由阴极发出的电子流，在飞向阳极的途中，由于相互间的静电排斥作用，往往会远离管轴，甚至撞击管壁；因此将阴极灯丝套在半球形的聚焦罩内。聚焦罩和灯丝相连，具有相同的电位。电子流在聚焦罩的静电排斥作用下，能产生聚焦的效果，使电子束集中。如果在灯丝与罩子间安排一个 100~400 伏特的负电位，则带负电的罩子即可更加有效地排斥电子，使它们集中于管轴，从而获得更好的聚焦效果。

阳极为承受高速电子流冲击的靶子；其本体系用导热率高的纯铜制成。靶面一般与管轴垂直，是高速电子冲击的目标。靶面用各种纯金属制成（如 Cr、Fe、Co、Ni、Cu、Mo、W 等），以便获得不同波长的特征 X 射线。

当高速电子与靶面相互作用时，其动能中约有 99% 转变为热能；为了保护靶面，必需将阳极用循环水强烈地加以冷却。工作时每分钟供水量约 3~6 升。

高速电子被靶面骤然阻止时，除发出 X 射线和使阳极变热外，还产生二次电子发射；即从靶面物质的原子中迸出电子来。这种由靶面向各个方向飞出的电子，当射到 X 射线管的玻璃壁上时，将使管壁带负电荷。这种负电荷可能很大，以致阻碍、甚至完全阻止电子由阴极移向阳极。因此，靶面应装于阳极套的中央，并用金属套加以包围；在阳极套的侧面开有四个小孔，孔上覆有对 X 射线吸收甚微的、厚约 0.02 毫米的铍箔，并同阳极接地。这样，X 射线便可从覆有铍箔的小窗射出，而二次电子则受阻于套壁，并通过阳极而被导走。

当 X 射线穿过管壁时，为了减少 X 射线的衰减，其射出的窗口系用硼酸铍锂（林德曼）玻璃制成。这种特殊的玻璃对波长小于 2.5 埃的 X 射线吸收很小；但它不耐潮湿；一经受潮即易分解与开裂，而使管子损坏报废。因此，必须在其上涂布一层透明胶，使与空气隔绝，以防受潮。此外，必须经常地加以维护，当发现上面出现“白霜”与不透明时，即应及时洗净，并涂布新胶。

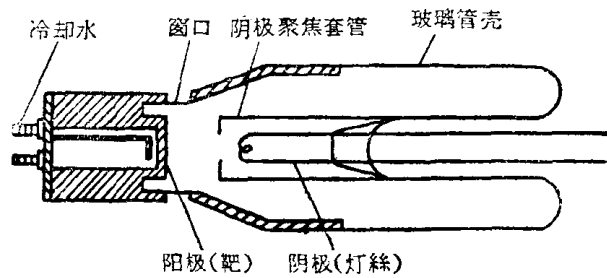


图1-2 U形管壳 X 射线管的构造（示意图）。

为了保证管子的阳极和阴极不致在管外通过空气而放电，一般要求两极之间在空气中的最短距离不小于 20~25 厘米。为此，如图 1-1 中所示 X 射线管中的阴极势必做得很长；但是，如果把管子做成图 1-2 的形状，则其尺寸就可大大缩短。

## （2）X 射线管的使用与维护

X 射线管在正常负荷与工作条件下，其使用寿命平均为 1000 小时（按照灯丝截面面积减小 10% 所需的时间计算）。若操作时超过了正常负荷，则将加速阴极灯丝的雾化，甚至烧断；或使阳极熔化，致使管子很快报废。因此，在使用时必须严格地遵守操作规程，绝不允许超过说明书上所规定的相应 X 射线管的额定功率（即管电压与管电流）。

VEB-4 型 X 射线管的使用说明书如表 1-1 所示。

为了保证 X 射线管的正常工作，还需随时注意 X 射线管所处的状态，并经常进行技术维护。例如，窗口防潮胶膜的情况，阳极冷却与接地的情况，管壁的清洁及干燥情况，以



及有无放电现象等等。

对于新到的、或长期未用的X射线管，应经过检验与“训练”以后，方可正式使用。

表1-1 VEB-4型电子式X射线管使用特性说明书

| 阳极靶面材料  |           | Cr, Fe, Co, Ni, Rh | Cu, Mo, Ag |         | W       |         |         |
|---------|-----------|--------------------|------------|---------|---------|---------|---------|
| 允许功率    |           | 250瓦               |            | 400瓦    |         | 700瓦    |         |
| 管电压, 千伏 | 放电球间隙, 厘米 | 脉冲式, 毫安            | 直流式, 毫安    | 脉冲式, 毫安 | 直流式, 毫安 | 脉冲式, 毫安 | 直流式, 毫安 |
| 30      | 0.95      | 12                 | 8.5        | 19      | 13      |         |         |
| 40      | 1.30      | 9                  | 6          | 14      | 10      |         |         |
| 50      | 1.65      | 7                  | 5          | 11      | 8       | 20      | 14      |
| 60      | 2.05      | 6                  | 4          | 9.5     | 6.5     | 17      | 11      |
| 70      | 2.40      |                    |            | 8       | 5.5     | 14      | 10      |
| 80      | 2.80      |                    |            |         |         | 12.5    | 8.5     |

(i) 管子的检验: 用火花放电真空检验器在管壁上试测其真空度。正常的管子应该不产生任何色彩的辉光。其次, 应该细心地检查窗口, 如需涂换新胶, 则须立即施行; 待两、三天胶膜干透后再用。最后, 把管子安装在仪器上, 灯丝先不加热, 将高压加到正常额定电压的30~35%为度, 以观察管内有无辉光出现。如无, 则为正常; 如有, 则表明此管已经漏气不能应用。

(ii) 管子的训练: 用高压放电检查过真空度认为正常时, 即可在30~35%的额定电压和1~2毫安的管电流的条件下进行“训练”。经半小时后即可缓缓地将管电流、管电压升到工作条件值。如发现毫安表上下摆动或颤动, 即表示管中有残余气体逸出; 必须降低管电流和管电压, 直到稳定以后再过10分钟左右才能再次把管电压和管电流升到工作条件。30分钟后如无不正常现象, 则此管就可以正式使用(管内一般都放有去气剂, 如Mg等。当残余气体逸出后很快就被Mg所吸收而变成固体, 故仍可保持高真空度)。

此外, 在工作过程中, 由于阴极灯丝、聚焦套等的蒸发雾化, 可能在阳极镜面和铍窗口上沉积上一层雾化的金属薄膜, 使X射线管所发射出的特征X射线不纯; 从而使管子经过了数百小时的工作以后, 即行失效无用。

#### 四、半波自整流VEM (TUR) 型分析仪的介绍

X射线分析仪是为X射线管供给电能的复杂电气设备, 其主要任务为: a. 供给稳定的高电压; b. 为加热灯丝供给稳定的电压; c. 操纵时的自动控制和指示装置等。兹将其基本电路与工作原理分别阐述如下:

(1) VEM型分析仪的基本电路与工作原理 民主德国制VEM (近年标TUR)型分析仪为我国各单位所广泛应用的仪器; 其主要技术规格是: 60千伏, 40毫安, 半波自整流。配封闭式VEB-4型X射线管, 钨丝热阴极, 阳极接地, 水冷, 备有安全闭锁装置。电源电压220伏, 频率50周/秒。电路的特点为X射线管直接接在高压变压器的次级线圈的两端; 当阴极处于负高压时, X射线管工作; 当阴极处于正高压时, X射线管起自整流的作





压为 180 伏，因此还需利用一个降压的灯丝变压器“ $T_3$ ”来加热灯丝。

为了在加热变压器  $T_3$  的输出端获得加热灯丝所需的可调节电压（6~9 伏），以控制热电子的发射量，从而控制管电流，所以在稳压器输出电路上串接了一个固定电阻  $r_3$  和一个可变电阻  $r_4$ 。

在安装时应注意调节固定电阻  $r_3$ ，使在可变电阻  $r_4$  的变动范围内，能将灯丝电压调节到所需要的 6~9 伏的范围之内。否则当电压过低，就有可能不足将灯丝加热以发射热电子；倘若过高，则可能将灯丝过热而烧毁。

iii) 安全控制系统部分 为了保证 X 射线分析仪能安全地工作，将高压电源磁力开关的线圈  $L$ ，通过一系列的触点或总电器加以控制；其中计有：

水压触点  $K_1$ ——在水压足够时才被接通；借以保证阳极的充分冷却，并防止阳极的烧坏。

管电压闭端触点  $K_2$  与管电流闭端触点  $K_3$ — $K_2$  与  $K_3$  保证只有当管电压与管电流调到最小时才能加上高压；从而减小了高压变压器中的过载现象，避免了高压绝缘被击穿的危险。

仅当  $K_1$ 、 $K_2$ 、 $K_3$  这三个触点同时接通时，即在保证了阳极的充分冷却与管电压、管电流最小时，扳动三刀三掷开关  $B$ ，才能使磁力开关线圈  $L$  中有电流通过，从而将插刀  $M_3$ 、 $M_4$  吸上，将高压接通。当其中任一个触点未能接触上而扳动三刀三掷开关  $B$  时，磁力开关线圈是不起作用的，因而高压接不上。但是，这时候插刀  $M_5$  却是通路，于是使蜂鸣器  $V$  发出警告讯号，要求我们及时进行检查或正确操作。

在高压一经加上以后，再调动管电压与管电流时，虽然触点  $K_2$  与  $K_3$  都要断开，但此时电流仍可经过磁力开关中的插刀  $M_2$  而通过线圈  $L$ ，使后者依旧能吸住各个插刀，所以高压不会被切断。

## (2) 操作规程与注意事项

VEM 型分析仪操纵台上各手轮与仪表的布置如图 1-4 所示。

开动 X 射线分析仪的步骤如下：

- i) 推上配电盘上的电闸，拧开阳极冷却水源的龙头，直到水压触点  $K_1$  稳定地闭合为止。
- ii) 顺时针方向转动操纵台中央的电源开关手轮，使电源与操纵台接通；此时水冷灯与电源电压表灯被点亮。继续转此手轮，使电源电压表的指针指到红线内的 210 伏为止。
- iii) 将管电流控制手轮与管电压控制手轮逆时针方向转到最小，将触点  $K_2$ 、 $K_3$  接通，做好加高压的准备。
- iv) 约十秒钟后，将高压档扳到所需的位置，高压表灯被点亮。磁力开关线圈  $L$  中有电流通过，使  $M_1$ 、 $M_2$ 、 $M_3$ 、 $M_4$  各插刀都被吸上， $M_5$  插刀被切断。高压红灯被点亮；指示高压已经加上。

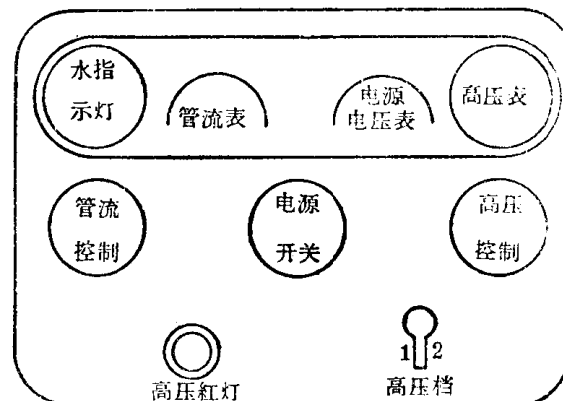


图1-4 VEM 型结构分析仪操纵台板面示意图。

v) 顺时针方向旋转管电压控制手轮, 使管电压表指针指到所需的千伏数<sup>⊙</sup>。

vi) 顺时针方向旋转管电流控制手轮, 使管电流表指针指到所需的毫安数。

vii) 打开工作台上所用的窗口, 其下面的红灯被点亮。X射线通过准直管射入相机。对光时, 可调节窗口旁的螺钉, 使相机荧光屏上显示出最大最强的荧光面积。

viii) 如需转动试样, 则可接通马达。如需滤波, 则可在窗口前插入滤波片。此后即可正式曝光。

关闭X射线分析仪的顺序如下:

i) 照相完毕后, 首先关上窗口, 其下面的红灯随即熄灭。取下相机。

ii) 逆时针转动手轮, 将管电压、管电流调到最小。

iii) 将高压档扳到中间位置; 高压表灯与高压红灯即行熄灭。

iv) 逆时针旋转电源开关手轮, 将电源切断, 所有指示灯皆熄灭。

v) 拉下配电盘上的电闸, 经10~15分钟后关掉水源。

操作时的注意事项:

i) 电源电压只可调到红线内210伏处, 不许超过。

ii) 工作过程中如水压不足, 则水灯熄灭, 高压切断, 蜂鸣器发出警告讯号。由电路图可知, 此时 $M_2$ 也被断开, 若仅开大水源令 $K_1$ 合上, 则高压仍不能加上; 因此, 还应将管电压和管电流手轮调至最小(将 $K_2$ 、 $K_3$ 同时接通), 使高压恢复后, 再重新调节管电压、管电流到所需的数值。

iii) 开动X射线仪之前应检查X射线管的窗口是否关好, 以免所放出的射线伤人。工作中应加强通风, 及时排除由高压或X射线的电离作用所产生的臭氧及氧化氮等对人体有害的气体。

iv) 应保持仪器中的各个部件、X射线管及整个实验室的清洁和干燥, 不允许冷却水管有任何漏水或在管壁上有凝结水点的现象; 以避免由于潮湿或灰尘而产生放电现象; 因为在高压作用下, 会促使空气电离, 使仪器的某些部件上很容易沾上灰尘。

v) X射线仪于连续工作五小时以后, 中间应停止工作20分钟, 再开动使用。

vi) 经常检查阳极接地情况是否正常(接地电阻应小于1~5欧姆)。换管与检查应由专门熟练人员进行。仪器中高压电缆应特别谨慎地加以防护。工作时绝对禁止打开工作台面窗; 以免人体与阴极接触而使高压电路短路, 引起性命危险!

vii) 过量的X射线对人体有不良的作用, 如灼伤局部的组织、使人疲倦头晕、改变血液组成及性能、以及影响生育等; 其程度视X射线强度、波长和直接受辐射的人体部位而定。根据我国政府和国际放射学会议的规定, 普通健康人的安全剂量每天应在0.05伦琴单位以下[1伦琴( $\gamma$ )的X射线可使标准状态下1立方厘米的干燥空气电离时, 产生带有一个静电单位(ESU)电荷的离子]。因此, 工作人员在调整相机时, 千万别让手或身体的其他部分暴露在X射线束中。对光时应防止X射线射入眼睛, 相机附近可用铅屏遮蔽, 以防护散射的X射线。调整完毕后, 工作人员应即离开X射线室。还应经常佩带笔状剂量仪, 随时检查感量, 并定期检查身体与验血等。

<sup>⊙</sup> 管电压的读数是根据高压变压器初级线圈的电压, 根据变压比的换算刻度盘示出, 并非用表直接测出高压。

## 五、国产 JC-20 型分析仪的介绍

近几年来上海仪表厂生产了大批 JC-20 及 20-59 等型号的 X 射线晶体分析仪，目前正为各单位广泛应用。JC-20 型分析仪的主要技术规格是：防电震、半波自整流、单焦点、两窗口、仪器输出最高电压 60 千伏，最大电流 20 毫安，配装可拆式 X 射线管（钨丝热阴极、阳极接地、水冷），电源电压 220 伏，容量 3 千伏安以上，周率 50 周/秒。

### （1）JC-20 型分析仪的特点：

i) 配用可拆式 X 射线管，灯丝及阳极皆可随时更换；管内各部件的清洗与修理十分容易，并且可以一管多用；只需调换不同金属的阳极靶面，就能得到需要的各种特征辐射，因此较封闭式管（例如 VEB-4 型）经济而耐用。更重要的是在使用可拆式 X 射线管时，可增大管电流以提高工作效率，从而获得强 X 射线源；此外，它还能适应细聚焦、光谱分析、和显微分析等各种特殊的需要与用途；所有这些，都是封闭式管所望尘莫及的。但是，可拆式管在使用时需用真空泵边抽气边工作，因此还须配备一整套的真空系统装置（包括机械泵与油扩散泵），并增加了操作方面的复杂性和困难；所以不及封闭式管那样简单方便和易于操作。

ii) 和 VEM 型分析仪相同，也采用半波自整流电路。在灯丝电路上也装有磁饱和式稳压器，以稳定管电流，使不致产生底片曝光过度或不足的现象。高压变压器的初级电路上串联有过电流继电器（如图 1-5 所示），在正常的情况下，其触点是经常地闭合的。当电路中的工作电流超过安全值（14 安）时，其过载电流将使继电器的线圈磁力增强而拉开触点，自动将电源电路切断，当电源一旦因过负荷而被切断以后，必须重新开动才能恢复工作。遇有自动断路情况时，必须检修造成过载的故障以后再行试用，以保证仪器的安全，防止因过负荷而损毁机件，或造成危险。此外，仪器上还备有保证阳极冷却的水压继电器，其边门上装有保险开关；当启开边门时，高压电路即自动切断，以防电击。

JC-20 型分析仪的电路图，如图 1-6 所示。

### （2）JC-20 型分析仪的操作规程与注意事项

#### 前阶段操作（开动仪器）：

i) 检查控制台上所有开关是否在断路位置，高压调节及灯丝调节是否在最小位置，四扇边门是否都已关好。

ii) 检查  $P_2O_5$  储油器的针阀是否已经旋紧；旋紧时不可用力太猛，以免损坏针阀的尖端。此外，应检查联接在储油器及油扩散真空泵间的真空阀是否已经关好，前部真空开关是否在断路位置上。

iii) 打开水门，将水压调节到 1.0~2.0 公斤/厘米<sup>2</sup>。

iv) 旋转电源开关到通路位置，机械泵开始工作，电源信号灯燃亮。

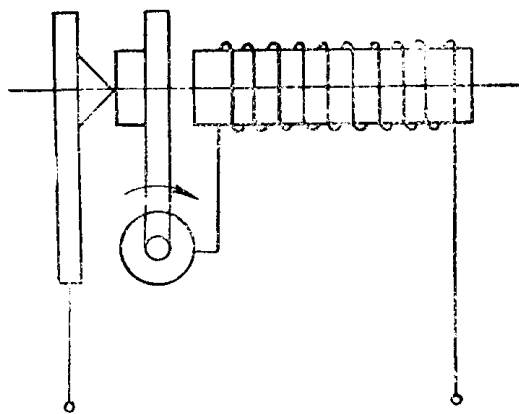
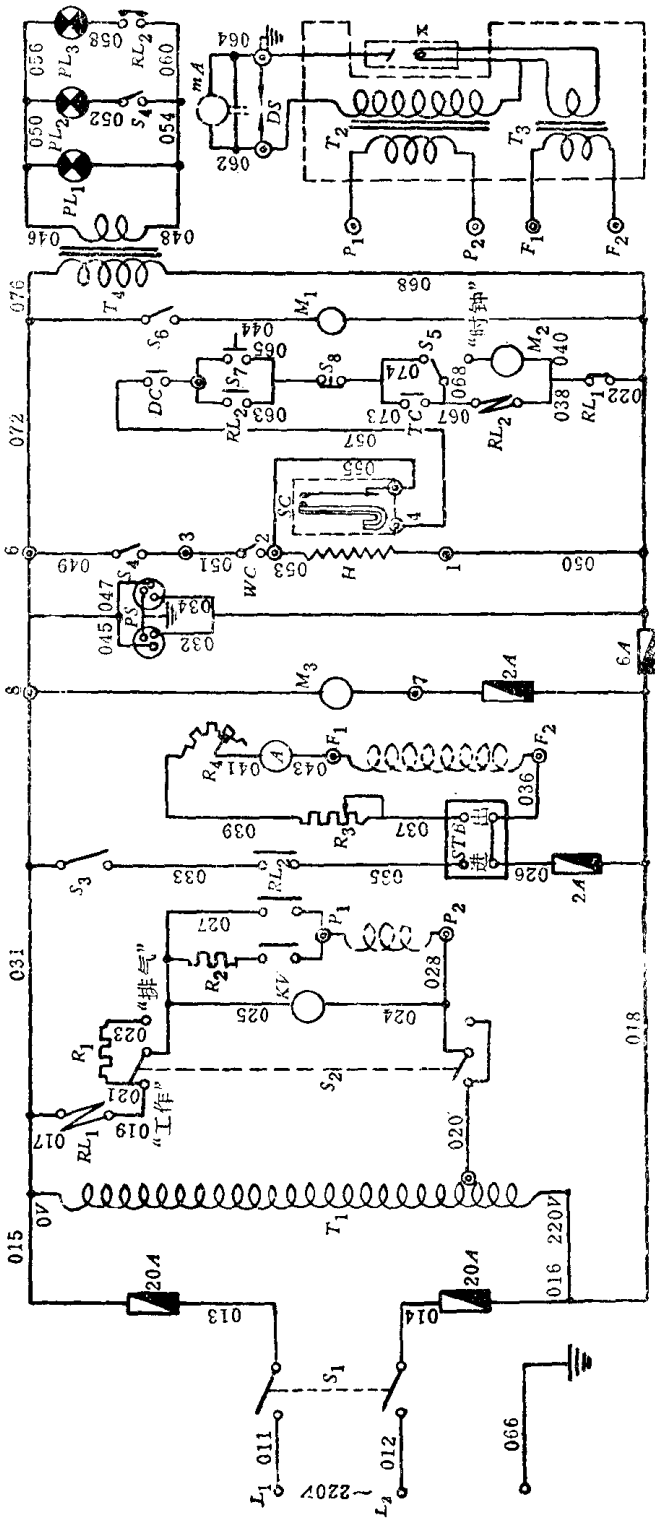


图1-5 过电流继电器示意图。



| 符              | 号 | 说                      | 明              |
|----------------|---|------------------------|----------------|
| C              |   | 电容器 0.01μf, 600V       | X 射线管          |
| DC             |   | 门接触点, 四对触点串联           | 灯丝电流表 0~2A     |
| DS             |   | 灯丝变压器次级接线柱             | 灯丝电压表, 0~70kVP |
| F1, F2         |   | 扩散泵电热器, 300瓦           | 毫安表, 0~20mA    |
| L1, L2         |   | 电动机                    | 扩散泵电热器接线柱      |
| M1             |   | 电动机                    | 水位接点接线柱        |
| M2             |   | 电动机                    | 双金属自动控制接线柱     |
| M3             |   | 电动机                    | 门触点接线柱         |
| PL1            |   | 时转真空指示灯                | 火花测定器接线柱       |
| PL2            |   | 高压真空指示灯                | 过脚真空泵电动机接线柱    |
| PL3            |   | 高压指示灯                  | 保险丝 20A × 2    |
| P1, P2         |   | 高压变压器初级接线柱             | 保险丝 6A, 2A     |
| R1, R2, R3, R4 |   | 高压相保护电阻, 30Ω/300W 两只并联 |                |
| RL1, RL2       |   | 照相机插座                  |                |
| S1, S2, S3, S4 |   | 高压变压器电势器, 150Ω/25W     |                |
| S5, S6, S7, S8 |   | 灯丝半调节点位器, 150Ω/150W    |                |
| SC             |   | 瓷安继电器, 14A 双刀常闭        |                |
| T1, T2, T3, T4 |   | 过电压继电器, 3H             |                |
| WC             |   | 高压开关 11K2-125Π1        |                |
| X              |   | 高压变换开关 11K2-25/112     |                |
|                |   | 灯丝变压器, 双刀双掷式           |                |
|                |   | 电热器开关, 双刀双掷式           |                |
|                |   | 时转开关, 双刀双掷式            |                |
|                |   | 风扇“通”按钮 ky-1           |                |
|                |   | 高压电稳定器 150W            |                |
|                |   | 自耦变压器 2KVA             |                |
|                |   | 高压变压器 63/220           |                |
|                |   | 指示灯变压器                 |                |
|                |   | 水位接点                   |                |
|                |   | 毫安表接线柱 (零接地)           |                |

图1-6 JG-20晶体分灯X射线仪电路图。

v) 在X射线仪工作台内用高频火花真空测验器向放电管放电, 检查真空度是否已达前级的要求。注意放电试验要断续进行, 每次放电不可超过半分钟。

vi) 当真空度达到  $1 \times 10^{-2}$  毫米汞柱以下时, 即可旋开真空阀; 油扩散泵的加热器开始工作, 扩散泵信号灯燃亮。

除气手续:

i) 待油扩散泵加热约 30~40 分钟后, 测量高真空系统的压力是否低于  $1 \times 10^{-5}$  毫米汞柱。

ii) 当达到  $1 \times 10^{-5}$  毫米汞柱压的真空度后, 将高压转换开关旋转到“排气”通路位置, 按下高压开关通路按钮。高压信号灯亮, 表示已接通高压电路。

iii) 顺时针方向转动高压调节旋扭, 使高压逐渐上升, 观察毫安表指针是否跳动, 若跳动则稍停再逐渐升高, 最后升高到 70 千伏, 待毫安表完全停止跳动, 即可将高压调节旋扭逆时针方向退回零位。

iv) 将灯丝加热开关旋转到通路位置, 灯丝信号灯亮; 顺时针方向转动灯丝加热旋扭, 注视灯丝加热电流表逐渐升高到 0.5 安, 加热约 2~3 分钟。

v) 将灯丝加热旋扭逆时针方向转回到零位, 再旋灯丝加热开关到断路位置, 灯丝信号灯熄灭。

vi) 将高压转换开关再旋转到“排气”通路位置, 顺时针方向转动高压调节旋扭, 逐渐将高压升到 20~30 千伏。旋转灯丝加热开关到通路位置, 灯丝信号灯亮; 顺时针方向调节灯丝加热旋扭, 注意使 X 射线管电流不超过 10 毫安 (看毫安表)。倘毫安表不颤动或停止了颤动, 除气手续即告结束。

vii) 逆时针方向将灯丝加热旋扭退回到零位; 旋转灯丝加热开关到断路位置。

viii) 逆时针方向将高压调节旋扭退回到零位; 按下高压开关断路按钮, 高压信号灯熄灭。

后阶段操作 (获得所需的 X 射线):

i) 必须经过除气手续后, 才能进行本阶段操作, 以获得所需的 X 射线。

ii) 将高压转换开关旋到“工作”通路位置 (排气通路位置对面); 按下高压开关通路按钮, 高压信号灯亮; 顺时针方向调高压旋扭, 得到所需的管电压 (例如铜靶 50 千伏)。

iii) 旋转灯丝加热开关到通路位置, 灯丝信号灯亮; 顺时针方向调节灯丝加热旋扭, 升高 X 射线管电流到所需的毫安值。注意阳极靶座处温度不能超过室温 (约  $20^{\circ}\text{C}$ )。

iv) 旋通风扇开关, 使冷却 X 射线管及通风去尘。

v) 将五小时控时钟指针顺时针方向旋转到所需曝光的时间; 照相开始, 即将时钟开关拨到通路位置。时间终了, 控时钟触点自动将高压及灯丝电路切断, 停止曝光。

vi) 再次曝光照相时, 应重复本阶段操作。必须注意, 事先须将高压旋扭及灯丝加热旋扭逆时针方向退回到零位, 使用时再逐渐升高, 以免骤然加热灯丝, 通过较大管电流而对 X 射线管有所损害。

停止使用 (关闭机器):

i) 将高压旋扭及灯丝加热旋扭退回到零位, 按下高压开关断路按钮, 旋转灯丝加热开关及高压开关到断路位置, 闭掉控时钟开关及风扇开关。

ii) 旋转电源开关到断路位置, 拉开墙上电源总开关。

iii) 先关闭真空阀, 再旋松  $\text{P}_2\text{O}_5$  储油器上的针阀放气。注意在油扩散泵未冷却前, 万勿拧开真空阀; 在油扩散泵未冷却前, 切勿旋松  $\text{P}_2\text{O}_5$  储油器上的针阀放气。

iv) 必须使冷却水至少再流通 20 分钟, 然后将水门关闭。

操作时的注意事项:

i) 当检修仪器内部任何电气部件时, 必须将仪器上的电源开关以及墙上的总开关切断, 以策安全。

ii) 每次停用仪器后, 必须将  $P_2O_5$  储油器上的针阀旋松放气; 但事前一定要将真空阀关闭, 以免油扩散泵内真空油被氧化。若需打开真空阀, 一定要等待油扩散泵冷却后方可。

iii) 高压信号灯亮后, 千万勿打开四扇边门。若必须打开时, 则应首先切断高压。

iv) 五小时控时钟指针只可顺时针方向旋转, 不可反方向旋转。

v) 无论是初次或散射的 X 射线, 对人体皆极有害; 使用仪器时应尽量避免被它触及。除装置一些可能的防护物外, 工作人员距 X 射线管应愈远愈好。

## 六、苏联产 YPC-70-K1 型结构分析与光谱分析两用 X 射线仪的介绍

YPC-70-K1 型分析仪的主要技术规格为: 输出最高电压 70 千伏、最大电流 30 毫安, 在高压电路中串联有一个整流管 (也是半波电路), 阳极接地、水冷、结构分析与光谱分析两用。配装 BCB-4 (近年标 BCB-1) 等型号的阳极接地的电子式 X 射线管, 也可应用离子式 X 射线管。

### 1) YPC-70-K1 型分析仪的电路特点

高压电路随用途而异; 当使用阳极接地的 X 射线管进行结构分析时, 整流管 (KPM-150) 应按照电路图 1-7 a 联接; 它的灯丝加热系由加热变压器  $T_1$  供给电流; X 射线管的灯丝加热, 则由加热变压器  $T_2$  供给电流。当需要 X 射线管的阴极接地 (光谱分析) 时, 整流管 (KPM-150) 应按照电路图 1-7 b 联接; 这时它的灯丝加热, 是由加热变压器  $T_2$  承担 (此时原来的加热变压器  $T_1$  停止使用), 而 X 射线管的灯丝加热则由另外的低绝缘度的变压器  $T_3$  供给电流。当然, 管流表也应随之对调其两极。

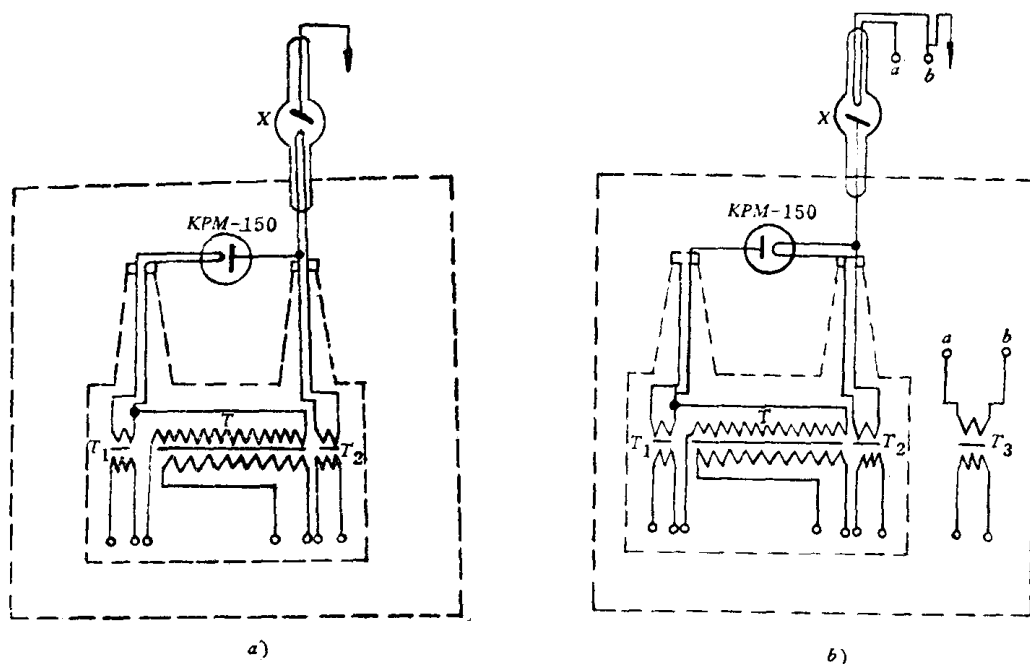


图 1-7

高压发生器装在工作台中。高压变压器  $T_1$  和加热变压器  $T_2$  一起装在充满高度绝缘油的油箱里。整流管为 KPM-150 型高压高真空两极管, 固定在高压油箱的瓷绝缘子上。通

过绝缘子将高压和灯丝加热电路从箱中引出。如采用 BCB-4 型 X 射线管时,管子系垂直地装在工作台盖板中央特制的防护罩内,借以防止工作人员触及不接地的部件。阴极系直接和高压相联。

控制台做成立柜形式。电压借 5 仟伏安的可变自耦变压器来调节。与 JC-20 型分析仪相同,其中也装有磁饱和稳压器、控时钟和均匀调节管电流的变阻器。在安全闭锁控制系统中也装有水压继电器、过电流继电器和门触点安全装置等;这些部件的作用,和前面相似。

在高压电路中装整流管的目的是,为了改善 X 射线管的工作条件(这种电路还是半波,与自整流的波形相同);在其空闲着的半周时,可使 X 射线管上的反向电流减低;当 X 射线管本身一旦失去整流性能时,可防止反向电流的产生。因而 X 射线管的最大容许功率,一般可较半波自整流电路为高。此外,由于高压电缆系处于脉动的直流电压而不处于交流电压之下,所以能改善电缆的工作条件。

2) YPC-70-K1 型分析仪的操作规程与注意事项  
YPC-70-K1 型分析仪操纵台上各手轮与仪表的分布如图 1-8 所示。

开动的步骤如下:

i) 检查操纵台上的高压开关,应使其处于断路位置;同时伏特表及毫安表指针均应处于零位,工作台的壁门亦应关严。

ii) 推上配电盘的电闸;拧开冷却水源的龙头;将水压表指针调节到 1.5 公斤/厘米<sup>2</sup>。

iii) 打开电源开关,使电源与操纵台接通;此时绿色的电源信号灯点亮。

iv) 将伏特表转换开关旋转到垂直位置(测量电源电压),顺时针方向旋转电源电压校正手轮,使伏特表指针即电源电压达到 220 伏。

v) 打开高压开关;此时高压信号红灯点亮,绿色信号灯熄灭;表示高压电路接通。

若高压电路接不通,而蜂鸣器发出警告讯号,即表明操作条件不当,安全控制电路中有某些触点处于非正常位置。例如:

- a. 冷却水停断或水压不足;
- b. 工作台的壁门未关严;
- c. 经过 X 射线管的电流超过额定值等。

此时应关闭高压开关,经检修妥善后,再重新接通高压。

vi) 将伏特表转换开关转到水平位置(测量高压变压器初级线圈的电压);顺时针方向旋转高压调整手轮;根据高压换算表,将伏特表指针调节到所需要的工作电压位置。

vii) 顺时针方向旋转管电流调节手轮,将毫安表指针调到所需的工作电流位置。此时即可由 X 射线管窗口发射出所需的 X 射线。

viii) 进行对光等工作后,即可正式开始曝光。

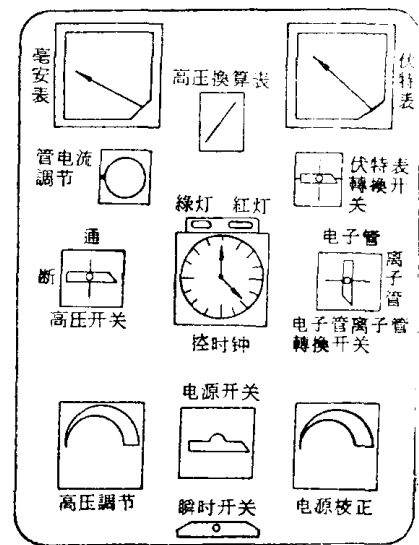


图1-8 YPC-70-K1 型分析仪操纵台板面示意图。



关闭的顺序:

- i) 逆时针方向旋转管电流调节手轮, 将毫安表指针调回零位。
- ii) 逆时针方向旋转高压调节手轮, 将伏特表指针调回零位。
- iii) 关闭高压开关。此时高压红灯熄灭、绿灯点亮, 表示高压电路已被切断。
- iv) 关闭电源电压开关, 绿灯熄灭; 工作台、操纵台均与电源隔断。
- v) 拉开配电盘电闸, 关闭冷却水, 全部工作停止。

瞬时开关和离子管高压开关的使用

使用瞬时开关和离子管高压开关时的操作步骤如下:

i) 瞬时开关的使用, 按照开动的步骤调好管电压与管电流。打开控制台上的瞬时开关电钮; 此时高压电路即被切断; 红灯熄灭、绿灯点亮。但当一按工作台上的瞬时开关电钮时, 高压电路又被接通; 红灯亮、绿灯熄; 管电压、管电流都恢复到原来的位置。这在对光时很方便。

ii) 离子管高压开关系在使用离子管时应用。它的操作次序及作用, 和使用电子管时的高压开关完全相同。

#### 注意事项

- i) 每次使用前要检查安全控制电路是否灵敏, 特别要注意水压开关是否正常。
- ii) 每连续工作五小时, 应停机休息 1 小时, 再继续使用。
- iii) 工作台周围应挡一层铅板, 以防止 X 射线对人体的伤害。
- iv) X 射线管应经常检查与涂油, 分析仪每年应大修一次。
- v) 室内要保持干燥及空气流通, 以防止高压系统放电和排出有害的电离气体。

### 七、实验所需的设备与器材

- (1) X 射线结构分析仪两台。
- (2) 解剖开的废 X 射线管一个。
- (3) 分析仪电路挂图。
- (4) X 射线管结构挂图。
- (5) 操作规程及注意事项。

### 八、实验内容及步骤

1) 教师讲解 X 射线管的构造与各部件的作用, 检验、训练等维护与使用注意事项, 以及 X 射线管在工作台上的位置与安装方法。

2) 讲解和引导学生分析 X 射线分析仪的电路系统及其工作原理(包括高压电路系统、灯丝加热电路系统、安全控制电路系统以及真空系统等)。

3) 说明磁饱和稳压器、多触点电磁开关及过电流继电器等主要部件的作用与位置。

4) 讲解分析仪的操作规程, 并令每个学生进行开动或关闭的操作。

5) 进行实验室规则及 X 射线技术保安的教育。

6) 解答学生提出的问题。

## 九、实验报告的要求

- 1) 简述X射线管的构造及检验与训练等使用及维护工作。
- 2) 绘出电路简图;说明灯丝加热电路中稳压器的作用、安全控制电路中各触点的作用以及高压电压的测量方法。
- 3) 结合操作规程,说明操作中的注意事项。

## 十、几点说明

1) 本实验为关于X射线发生装置的一次现场教学,主要由教师进行讲解和指导学生进行操作。每组以八人为宜。

2) 为便于对各部件进行观察,可将一台分析仪的工作台与操纵台打开,在各部件上贴以标签,一面讲述原理,一面观察实物,帮助学生加深理解。另一台分析仪供操作时使用。

3) 为适应各校设备情况,实验中第四、五、六三节并列地介绍了目前应用最广的VEM(TUR)、JC-20和YPC-70-K1三种类型的X射线分析仪。各校应根据实验室设备,以一种为主进行讲授,并令学生阅读,以免内容过多,负担过重。